UNIVERSITE DE NANCY FACULTE DES SCIENCES

T H E S E S

présentées à la

Faculté des Sciences de l'Université de Nancy

pour obtenir le titre de

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Jacques MAISSIN

Ingénieur Civil des Mines

Première Thèse

INFLUENCE DE L'IRRADIATION AUX NEUTRONS SUR LES PROPRIETES MECANIQUES A HAUTE TEMPERATURE D'UN ALLIAGE Ni Cr 80-20 A DURCISSEMENT STRUCTURAL

Deuxième Thèse

PROPOSITION DONNEE PAR LA FACULTE

Soutenues publiquement le 30 Janvier 1970 devant la Commission d'examen

Président : M. GOSSE

Examinateurs : MM. CHAMPIER
DEVIOT
SAINFORT

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551919_0030

UNIVERSITE DE NANCY FACULTE DES SCIENCES

T H E S E S

présentées à la

Faculté des Sciences de l'Université de Nancy

pour obtenir le titre de

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Jacques MAISSIN

Ingénieur Civil des Mines

Première Thèse

INFLUENCE DE L'IRRADIATION AUX NEUTRONS SUR LES PROPRIETES MECANIQUES A HAUTE TEMPERATURE D'UN ALLIAGE Ni Cr 80-20 A DURCISSEMENT STRUCTURAL

Deuxième Thèse

PROPOSITION DONNEE PAR LA FACULTE

Soutenues publiquement le 30 Janvier 1970 devant la Commission d'examen

Président : M. GOSSE

Examinateurs : MM. CHAMPIER
DEVIOT
SAINFORT

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE DE NANCY

FACULTE DES SCIENCES

ANNEE SCOLAIRE 1969-1970

Doyen : M. AUBRY
Assesseur : M. GAY

Doyens Honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULT

Professeurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE - EICHMORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMANN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL

Maîtres de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - Mlle MATHIEU

PROFESSEURS

MM.	ROUBAULT	Géologie
	VEILLET	Biologie Animale
	BARRIOL	Chimie Théorique
	BIZETTE	Physique
	GUILLIEN	Electronique
	LEGRAS	Mécanique Rationnelle
	BOLFA	Minéralogie
	NICLAUSE	Chimie
	FAIVRE	Physique Appliquée
	AUBRY	Chimie Minérale
	COPPENS	Radiogéologie
	DUVAL	Chimie
	FRUHLING	Physique
	HILLY	Géologie
	LE GOFF	Génie Chimique
	SUHNER	Physique Expérimentale
	CHAPON	Chimie Biologique
	HEROLD	Chimie Minérale ind.
	SCHWARTZ B.	Exploitation Minière
*	MALAPRADE	Chimie
	MANGENOT	Botanique
	NEEL	Chimie Organique Indus.
	GAYET	Physiologie
	HADNI	Physique
*	BASTICK	Chimie
	DUCHAUFOUR	Pédologie
	GARNIER	Agronomie
	BERNARD	Géologie Appliquée
*	CHAMPIER	Physique
*	GAY	Chimie Biologique
	STEPHAN	Zoologie
*	CONDE	Zoologie
*	WERNER	Botanique
	EYMARD	Calcul différ. & Intégral
	LEVISALLES	Chimie Organique
	FELDEN	Physique
*	GOSSE	Mécanique Physique
*	DAVOINE	Physique (E.N.S.M.I.M)
	HORN	Physique (1er Cycle)
*	ROCCI	Géologie
*	Mme LUMER	Mathématiques
	DELPUECH	Chimie Physique

N ..... Chimie Biologique
N ..... Mécanique Appliquée
N ..... Analyse Supérieure
N ..... Méthodes Mathématiques de la Physique
N ..... Mécanique Rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel

ANNEE SCOLAIRE 1969-1970

Doyen : M. AUBRY
Assesseur : M. GAY

Doyens Honoraires : MM. COSNUSSET - ROUSSELET

Professeurs honoraires : MM. RAYRAUD - LAFFITTE - LEMAY - JOLY - LAPORTE
RICHMOND - CAPELLE - COSNUSSET - DUMESNIL - I. SCHWARTZ - DIEUDONNE -
DE MALLEMANN - LOECHNAMSON - LETORT - DODE - SAUTHIER - COUPET - GIRES -
COSNUSSET - CAPELLE - GUERIN - WAHL

Maîtres de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - ZAIS MARINE

PROFESSEURS

MM. ROUSSELET	Géologie	MERL	Chimie Organique Ind
VEILLET	Biologie Animale	GAYET	Physiologie
BARRIOL	Chimie Théorique	HABOT	Physique
BIZETTE	Physique	* BASTICK	Chimie
GUILLEM	Electronique	DUCHAMPOUR	Géologie
LEGRAS	Mécanique Rationnelle	CAUNIER	Agronomie
BOLFA	Hydrologie	MERRIEN	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	* CHARPIER	Physique
FALVRE	Physique Appliquée	* GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie Minérale	STEINMAN	Zoologie
COPPENS	Radiogéologie	* COMES	Zoologie
DUVAL	Chimie	* GRENIER	Botanique
FRONCINO	Physique	GERMAIN	Calcul différ. & Tra
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie Géologique
LE GOFF	Géométrie Cinématique	FELDZER	Physique
SUDRAN	Physique Expérimentale	* GROSS	Mécanique Physique
CHAPON	Chimie Biologique	* DAVOINE	Physique (E.N.S.M.I.
HERBLD	Chimie Minérale Ind.	Mme	Physique (Ecr Cycle)
SCHWARTZ L.	Exploitation Minière	* BOCCE	Géologie
* MALFRAGE	Chimie	* Mme LUCET	Mathématique
MONGENOT	Botanique	PEIGNIER	Chimie Physique

M ..... Chimie Biologique
M ..... Mécanique Appliquée
M ..... Analyse Supérieure
M ..... Méthodes mathématiques de la Physique
M ..... Mécanique Rationnelle

(*) Professeur résidant à titre personnel

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mme	BASTICK	Chimie P.C Epinal
MM.	GUDEFIN	Physique
	VUILLAUME	Psychophysiologie
	FRENTZ	Biologie Animale
	MARI	Chimie (I.S.I.N)
	AUROUZE	Géologie
	DEVIOT	Physique du Solide
	FLECHON	Physique P.C
Mlle	HUET	Mathématiques C.B.G
MM.	VIGNES	Métallurgie
	JURAIN	Géologie C.B.G
MM.	BALESDENT	Thermodynamique, Chimie Appliquée (E.N.S.I.C)
	BLAZY	Minéralogie Appliquée (ENSG)
	JANOT	Physique P.C Epinal
	CACHAN	Entomologie Appliquée (E.N.S.A)
	JACQUIN	Pédologie et Chimie Agricoles
	MAINARD	Physique M.P
	MARTIN	Chimie P.C
	PAULMIER	Mécanique Expérimentale
	PROTAS	Minéralogie

MAITRES DE CONFERENCES

MM.	JOZEFOWICZ	Physico-Chimie
	RIVAIL	Chimie Appl. (CUCES)
	VILLERMAUX	Génie Chimique
	METCHE	Biochimie Appliquée (Brasserie)
	PAIR	Mathématiques Appl.
	BAUMANN	Physique 1er Cycle
	DURAND	Physique
	GRANGE	Physique (ISIN)
	DEPAIX	Prob. & Stat.
	BAVEREZ	Chimie (ENSIC)
	CHAMBON	Exploit. Minière (Mines)
	HUSSON	Physique (ENSEM)
	WEISSLINGER	Physique
MM.	GERL	Physique (E.N.S.E.M)
	ROQUES	Chimie Minérale
	FERRIER	Mathématiques
	GILORMINI	Mécanique (I.S.I.N)
	N.....	Mécanique des Fluides (ISIN)
	N.....	Mathématiques
	N.....	Mathématiques P.C
	N.....	Mathématiques C.B.G
	N.....	Physiologie Animale
	N.....	Mathématiques M.P
	N.....	Chimie Organique
	N.....	Chimie (ENSIC)
	N.....	Mathématiques

CHARGES D'ENSEIGNEMENTS

MM. AMARIGLIO - COEURE - DAVRAINVILLE - GIRARDEAU - HILY - MAURIN - NOVERRAZ
OVAERT - RUYER - WEBER

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mme	RASTICK	Chimie P.C Hybrid	MM.	BAUMSDENT	Thermodynamique, Chimie
MM.	GODEFRIN	Physique			Appliquée (E.N.S.I.G)
	VUILLAUME	Physiopathologie		DILASY	Minéralogie Appliquée C
	FRENTZ	Biologie Animale		LAMOT	Physique P.C Hybrid
	MARI	Chimie (I.S.I.M)		GACHAM	Entomologie Appliquée
	AURORZE	Géologie			(E.N.S.A)
	DEVIOT	Physique du Solide		JACQUIN	Pédologie et Chimie
	FLECHON	Physique P.C			Agricoles
Mlle	DUET	Mathématiques C.B.G		MAHNARD	Physique M.T
MM.	VIGNES	Métallurgie		BLETON	Chimie T.C
	JURAIN	Géologie C.B.G		FAULTRES	Mécanique Expérimentale
				PROTAS	Minéralogie

MAITRES DE CONFERENCES

MM.	JOZEFOWICZ	Physico-Chimie	MM.	GERL	Physique (E.N.S.E.M)
	RIVAIL	Chimie Appl. (CUCES)		ROUNES	Chimie Minérale
	VILLEMIN	Génie Chimique		PERRIER	Mathématiques
	METCHE	Biochimie Appliquée		GIROD INT	Mécanique (I.S.I.M)
		(Sciences)		N.....	Mécanique des Fluides
	FAIR	Radiochimie Appl.			(ISIM)
	BAUMANN	Physique Int Cycle		N.....	Mathématiques
	DULAND	Physique		N.....	Mathématiques P.C
	CHANCE	Physique (ISIM)		N.....	Mathématiques C.B.G
	DEFAIX	Prob. & Stat.		N.....	Physiologie Animale
	RAVENEZ	Chimie (ENSIC)		N.....	Mécanique Fluides M.F
	CHAMSON	Expl-Ex. Mines (Mines)		N.....	Chimie Organique
	HUSSON	Physique (ENSEM)		N.....	Chimie (ENSIC)
	WEISSLINGER	Physique		N.....	Mathématiques

CHARGES D'ENSEIGNEMENTS

MM. AMARIGLIO - COURNE - DAVRAINVILLE - GIRARDEAU - HILY - MUGNIN - NOVENRAZ
OVASKT - RUYER - TEBER

AVANT - PROPOS

Ce travail a été effectué d'octobre 1965 à octobre 1968 dans les laboratoires du Service de Recherche de Métallurgie Physique et Chimique, au Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble.

Monsieur CHAMPIER, Professeur à la Faculté des Sciences, a dirigé mes recherches et m'a permis de les mener à bien ; qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Monsieur CABANE, Chef du SRMPC, m'a fait bénéficier de sa haute compétence ; son aide m'a été très utile et je l'en remercie vivement.

Je tiens tous particulièrement à remercier Monsieur SAINFORT pour l'intérêt constant qu'il a porté à mon travail ; je lui dois de nombreuses idées d'expériences, des conseils pour leur interprétation, des calculs théoriques.

J'associe dans la même gratitude Monsieur GOSSE et Monsieur DEVIOT, Professeurs à la Faculté des Sciences, qui m'ont fait l'honneur de siéger en qualité de Président et d'Examinateur au Jury de cette thèse.

Il m'est agréable d'exprimer ma sympathie à tous les Ingénieurs et Techniciens du SRMPC dont la collaboration m'a été très précieuse.

Je remercie enfin les membres du Laboratoire de Très Haute Activité du CEN-G pour leur contribution à la partie expérimentale de ce travail.

AVANT - PROPOS

Ce travail a été effectué d'octobre 1965 à octobre 1968 dans les Laboratoires du Service de Recherche de Métallurgie Physique et Chimique, au Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble.

Monsieur CHAMPIER, Professeur à la Faculté des Sciences, a dirigé mes recherches et m'a permis de les mener à bien ; qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Monsieur CABANE, Chef du SRMPC, m'a fait bénéficier de sa haute compétence ; son aide m'a été très utile et je l'en remercie vivement.

Je tiens tous particulièrement à remercier Monsieur SAINPORT pour l'intérêt constant qu'il a porté à mon travail ; je lui dois de nombreuses idées d'expériences, des conseils pour leur interprétation, des calculs théoriques.

J'associe dans la même gratitude Monsieur GOSSE et Monsieur DEVIOT, Professeurs à la Faculté des Sciences, qui m'ont fait l'honneur de siéger en qualité de Président et d'Examinateur au Jury de cette thèse.

Il m'est agréable d'exprimer ma sympathie à tous les Ingénieurs et Techniciens du SRMPC dont la collaboration m'a été très précieuse.

Je remercie enfin les membres du Laboratoire de Très Haute Activité du CEN-G pour leur contribution à la partie expérimentale de ce travail.

SOMMAIRE

Pages

INTRODUCTION

CHAPITRE 1 : LES DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES

1.1 - L'alliage Nickel-Chrome 80-20 1

1.2 - Les mécanismes de rupture à haute température 4

1.3 - La fragilité intergranulaire à haute température après irradiation aux neutrons 10

CHAPITRE 2 : LES METHODES EXPERIMENTALES

2.1 - Préparation des éprouvettes de traction 18

2.2 - Essais mécaniques 19

2.3 - Microscopie optique 20

2.4 - Microscopie électronique 23

CHAPITRE 3 : LA DISTRIBUTION DE L'HELIUM APRES IRRADIATION

3.1 - Introduction 29

3.2 - L'hélium dans le réseau après irradiation 32

3.3 - L'hélium dans le réseau après un recuit post-irradiation 38

3.4 - Mesure de l'énergie de surface γ_s 42

CHAPITRE 4 : RESULTATS DES EXPERIENCES DE TRACTION

4.1 - Introduction 46

4.2 - Propriétés mécaniques en fonction de la température 47

4.3 - Influence de la structure et de la dose d'irradiation 49

CHAPITRE 5 : DISCUSSION

5.1 - Introduction 56

5.2 - Les mécanismes de déformation et de rupture avant irradiation 56

5.3 - Influence de l'irradiation sur les mécanismes de déformation 62

5.4 - Influence de l'irradiation sur les mécanismes de rupture 62

CONCLUSION 73

INTRODUCTION

Les réacteurs à neutrons rapides constituent aujourd'hui la solution théoriquement la plus satisfaisante aux problèmes de production d'électricité d'origine nucléaire ;outre leur grande puissance, ils possèdent en effet l'énorme intérêt de produire plus de matière fissile qu'ils n'en consomment.

La mise au point de ces centrales, encore au stade des prototypes, soulève bien des problèmes technologiques et leur compétitivité par rapport aux centrales d'autres filières déjà éprouvées n'est pas acquise.

Avec ce nouveau type de réacteur se pose, en particulier, le problème de la tenue sous irradiation à haute température des alliages utilisés pour le gainage des éléments combustibles ; ces gaines ont été réalisées jusqu'à présent en acier inoxydable, car ce matériau présente une résistance à la corrosion et une résistance mécanique satisfaisante à haute température. Après irradiation, ces alliages témoignent d'une importante fragilité intergranulaire et leur ductilité comme celle de la plupart des alliages de nickel subit une réduction très sensible qui risque de compromettre la fiabilité du réacteur.

Les études les plus récentes n'ont pas encore décrit de façon très convaincante les mécanismes qui ont conduit à cette fragilisation, cependant, on s'accorde pour mettre en cause l'hélium, produit de la réaction de transmutation nucléaire $^{10}B(n,\alpha) \rightarrow {}^{7}Li$ du bore existant à l'état d'impureté dans l'alliage.

Reprenant cette hypothèse, nous nous proposons de réunir certaines données indispensables à la compréhension du phénomène et de dégager ensuite le rôle de la structure du matériau, paramètre essentiel dans un problème de fragilité intergranulaire.

Nous avons choisi pour mener ce travail un alliage industriel Ni 80 - Cr 20 durci par précipitation de particules $Ni_3(Ti, Al)\gamma'$; sa grande fragilité après irradiation qui le rend évidemment inapte à une utilisation dans les réacteurs, et sa précipitation γ' qui offre une grande variété de structures en font un matériau intéressant pour la compréhension des mécanismes de fragilisation à haute température.

Nous rappelerons brièvement la constitution de cet alliage et après avoir fait l'état des connaissances sur les mécanismes de rupture à haute température et sur la fragilité après irradiation, nous décrirons les techniques expérimentales utilisées.

L'étude préalable de la distribution de l'hélium après irradiation nous permettra alors d'utiliser les résultats des expériences de traction pour comprendre les mécanismes de fragilisation dus à l'hélium.

CHAPITRE 1

LES DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES

1.1 - L'alliage Nickel-Chrome 80-20

1.1.1 - Composition et structure

Les études des propriétés des alliages Nickel-Chrome 80 20 se sont faites à la faveur du développement de l'industrie aéronautique. Celle-ci exigeait, en effet, des matériaux résistants au fluage à haute température et c'est tout naturellement que l'on s'est tourné vers les alliages Ni-Cr dont les constituants présentaient des points de fusion assez élevés et garantissaient une certaine résistance à l'oxydation.

Par la suite, les propriétés de ces alliages ont été améliorées par l'addition d'autres métaux, en particulier de titane et d'aluminium, puis de cobalt et de molybdène. Ces éléments conduisent à la formation de composés intermétalliques qui contribuent au durcissement de la matrice et confèrent à l'alliage des propriétés mécaniques intéressantes jusqu'à des températures assez élevées.

Le matériau choisi pour mener ce travail est un alliage industriel*, dont nous avons utilisé successivement deux nuances correspondant aux compositions suivantes :

Elément	Ni	Cr	Fe	Ti	Al	C	B	N
nuance 1	bal.	19,65		2,7	1,35	0,096	18 ppm	0,024
nuance 2	bal.	19,80	0,15	1,7	1,54	0,08	50 ppm	0,03

---

* - La composition de cet alliage correspond à celle du Nimonic 80 A et à celle de l'alliage AT GS3

L'étude du système quaternaire Ni-Cr-Ti-Al (TAYLOR - FLOYD 1951-1953 ; TAYLOR 1954) a montré que la phase responsable du durcissement est du type $Ni_3(Ti, Al)\gamma'$ et que la matrice est une solution solide de chrome dans le nickel, de structure cubique à faces centrées et de paramètre 3,56 Å.

On a pu d'autre part, mettre en évidence l'importance de la précipitation de carbures riches en chrome sur les valeurs de l'allongement par fluage (BETTERIDGE - FRANKLIN 1956-1957).

Examinons maintenant plus en détail la morphologie de chacune de ces phases et leurs conditions d'existence.

1.1.2 - La phase $Ni_3(Ti, Al)\gamma'$

1.1.2.1 - Constitution

Cette phase, responsable du durcissement, a la structure ordonnée, cubique à faces centrées de la phase Ni_3Al. Elle a été désignée sous le nom de $Ni_3(Ti, Al)$ car, dans son réseau, des atomes de titane peuvent remplacer des atomes d'aluminium (TAYLOR 1954, GRANT - NORDHEIM 1954, WILDE - GRANT 1954) (fig. 1.2). Cette substitution entraîne d'ailleurs une légère augmentation du paramètre, mais la différence entre celui de la matrice (3,56 Å) et celui des précipités γ' (3,58 Å) reste minime.

Ce très faible écart permet d'expliquer pourquoi l'interface particule γ'-matrice reste cohérente tant que la taille des précipités n'excède pas 2000 à 3000 Å (WEATHERLY - NICHOLSON 1968) ; le maintien de la continuité des réseaux entraîne alors l'existence de distorsions dans les plans atomiques et ces zones en compression sont autant de barrières pour le déplacemnt des dislocations.

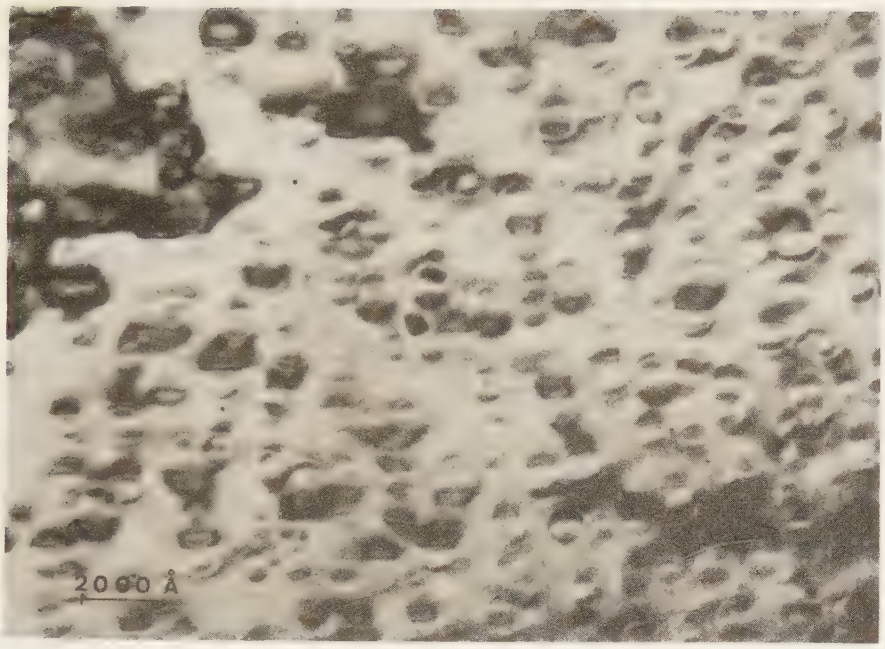


Fig. 1.1 La précipitation γ' après le traitement A.

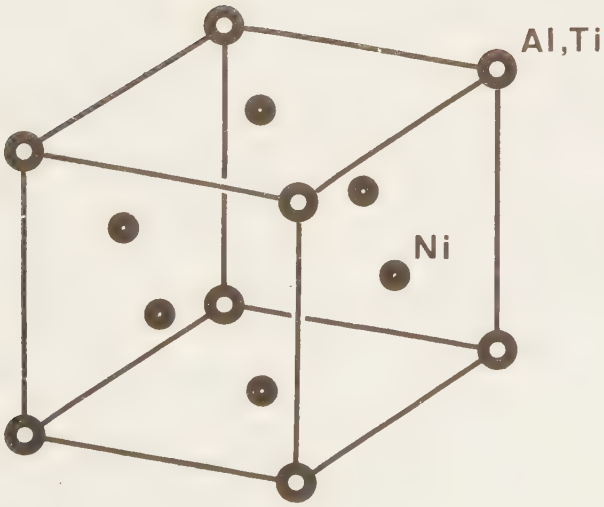


Fig. 1.2 Place des atomes Ni, Al, Ti dans le réseau c.f.c. des precipités γ'.

1.1.2.2 - Domaine d'existence

L'examen par microscopie électronique d'un échantillon vieilli et non déformé révèle une distribution uniforme dans la matrice de particules γ'. Ces précipités prennent la forme de petits cubes ou de petites sphères dont la taille peut varier de quelques dizaines à plusieurs milliers d'angstrôms suivant les traitements thermiques (fig. 1.1).

Cette phase n'est pas stable aux températures supérieures à environ 950°C ; on la précipite à des températures en général comprises entre 700°C et 900°C, intervalle de température assurant des traitements d'une durée acceptable et suffisant pour obtenir des distributions variées de précipités.

1.1.3 - Les phases carbures

1.1.3.1 - Constitution

Par analyse aux rayons X (FELL 1961), on peut dénombrer dans cet alliage :

- deux phases carbures riches en chrome du type $M_7 C_3$ et $M_{23} C_6$:
  - la phase $Cr_7 C_3$ a une structure hexagonale (a = 13,98 Å, c = 4,52 Å). Nous ne connaissons pas les relations possibles d'orientation entre son réseau et celui de la matrice.
  - la phase $Cr_{23} C_6$, cubique à faces centrées, a un paramètre de 10,63 Å, qui est presque le triple du paramètre de la matrice. Les plans réticulaires (111) de ces précipités se construisent donc sur les plans (111) de la matrice.

Les précipités de ces deux phases prennent dans la matrice la forme de polyèdres ; au joint de grain, ils ont une forme plus allongée et leur interface peut être avec l'un des grains partiellement cohérente.

- Deux phases de carbo-nitrure de titane Ti (C, N), toutes deux de structure cubique à faces centrées ; l'une riche en carbone, de paramètre 4,33 Å, l'autre riche en azote, de paramètre 4,24 Å. Ces deux composés sont peu nombreux. Ils prennent généralement une forme polyédrique.

1.1.3.2 - Domaine d'existence

Les deux phases Ti (C, N) ne sont mises en solution qu'à des températures supérieures à 1250°C. Elles sont très peu sensibles à l'action des traitements normaux de précipitation de l'alliage Ni Cr 80 20 ; il semble de plus, que leur présence n'ait pas d'effet notable sur les propriétés mécaniques à haute température (FELL 1961).

Les phases $Cr_7 C_3$ et $Cr_{23} C_6$ sont mises en solution à partir de 1150°C. L'examen des courbes de transformation isotherme de ces carbures montre que le carbure stable entre 1050°C et 1150°C est du type $Cr_7 C_3$. Au cours des traitements thermiques à des températures inférieures à 1050°C, la phase $Cr_7 C_3$ précipite la première, mais est progressivement remplacée par la phase $Cr_{23} C_6$.

Ces précipités se développent aussi bien dans la matrice qu'aux joints de grains. Leur proportion et leur distribution est essentiellement fonction de la durée et de la température des traitements thermiques et peut varier de façon considérable.

1.2 - Les mécanismes de rupture à haute température

1.2.1 - Généralités

Aux environs d'une température voisine de la moitié de la température absolue de fusion, la rupture des polycristaux évolue d'un type transgranulaire, domaine des températures moyennes à un type intergranulaire, domaine des haute températures.

Pour l'alliage Ni Cr 80-20, la frontière entre ces deux domaines se situe vers 700°C ; elle marque l'apparition d'un glissement intergranulaire croissant avec la température, témoin du rôle de plus en plus important joué par le joint de grain dans la déformation. Ce mouvement relatif des grains du métal facilite la germination et le développement de fissures intergranulaires qui peuvent affecter des formes variées allant de la cavité arrondie à la fissure allongée et plate. Le type de fissure dépend des conditions de déformation, ainsi des températures faibles et des contraintes élevées facilitent généralement l'apparition des fissures plates tandis que les cavités arrondies s'observent surtout à haute température et sous de faibles contraintes (GIFKINS 1959, GAROFALO 1965, MAC LEAN 1958).

1.2.2 - La germination des fissures

1.2.2.1 - Le modèle de Stroh

La contrainte macroscopique, enregistrée au cours d'un essai de traction, n'a rien de comparable aux contraintes réelles existant dans le métal. Au cours de la déformation, les dislocations rencontrent des obstacles et leur empilement est capable d'engendrer des contraintes locale de l'ordre de la limite élastique théorique. Ainsi les joints de grains dans un polycristal et ici les précipités de carbures de chrome peuvent constituer de telles barrières pour le mouvement des dislocations.

L'empilement des dislocations sur ces obstacles peut produire une concentration de contraintes suffisante pour initier une fissure. La contrainte σ d'ouverture de cette fissure est alors (STROH 1954) :

$$\boxed{\sigma^2 = \frac{12\ \mu\Gamma}{\Pi(1-\nu)L}} \qquad (1.1)$$

où μ est le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson, Γ l'énergie de surface et L la longueur de l'empilement, (fig. 1.3). Les n dislocations de l'empilement entrent dans la fissure qui est alors équivalente à une dislocation de vecteur de Burgers nb.

La contrainte σ suffit théoriquement à propager la fissure ; mais, en fait, celle-ci rencontre au cours de son développement, de nouveaux obstacles susceptibles d'arrêter sa propagation ; sa croissance est alors déterminée par le critère de Griffiths (1.2.3.1).

1.2.2.2 - La fissure de type Zener

La condition d'ouverture de fissure, établie dans le modèle de Stroh, s'applique également à la germination des fissures intergranulaires initiées aux points triples, selon un mécanisme imaginé par Zener (Zener (1948) (fig. 1.4).

La concentration de contraintes résultant du blocage au point triple du glissement intergranulaire le long du joint AB produit en A une microfissure. L'ouverture se produira lorsque la contrainte de cisaillement résolue le long du joint AB atteindra la valeur σ définie par la relation (1.1) ; par analogie avec le cas précédent, on peut assimiler la longueur de glissement intergranulaire à un vecteur nb, somme des vecteurs de Burgers b de n dislocations fictives et la longueur de cet empilement L à la taille du grain.

Les contraintes obtenues à l'aide de la relation (1.1) sont assez élevées, mais leurs valeurs obtenues après un calcul en milieu élastique sont surestimées (SMITH - BARNBY 1967).

1.2.2.3 - Autres mécanismes de germination de fissures intergranulaires

Tout obstacle au glissement intergranulaire peut, en produisant de fortes contraintes locales, conduire à la formation de fissures. Les tensions existant autour de ces obstacles peuvent dépasser les forces

Fig. 1.3 Création d'une fissure par empilement de dislocations sur un obstacle.

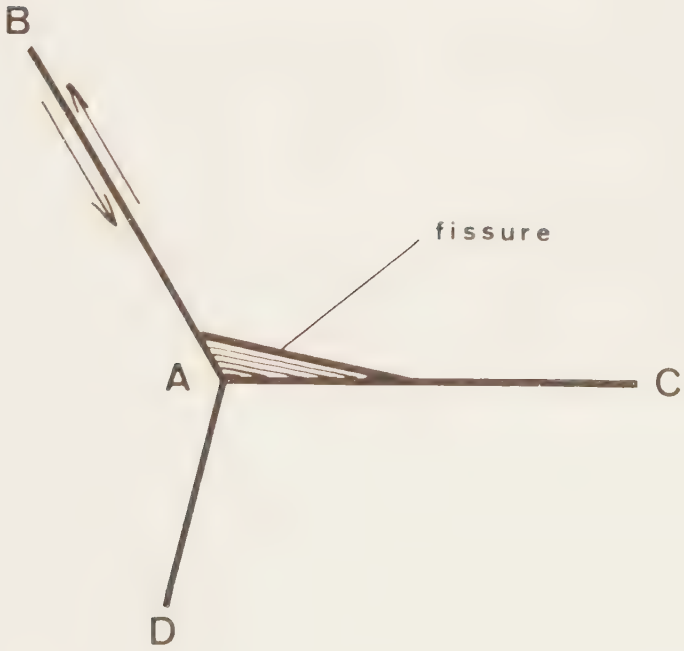


Fig. 1.4 Fissure de type Zener.

de cohésion interatomique et entraîner l'ouverture de cavités. Ces cavités se forment au niveau des irrégularités du joint de grain qui peuvent être :

- des précipités (fig. 1.5.a) (HARRIS 1965 - WEAVER 1959-1960)
- des marches naturelles du joint (fig. 1.5.b) (CHEN - MACHLIN 1956)
- des marches créées par des bandes de glissement (GIFKINS 1958) (fig. 1.5.c)

1.2.3 - La propagation des fissures

1.2.3.1 - Le critère de GRIFFITHS

Appliqué à l'origine au cas de matériaux fragiles comme le verre, ce critère exprime qu'une fissure de longueur C se propage si la contrainte appliquée σ est telle que (GRIFFITHS 1921) :

$$\boxed{\sigma 2 \geqslant \frac{2\mu\Gamma}{\Pi(1-\nu)C}} \qquad (1.2)$$

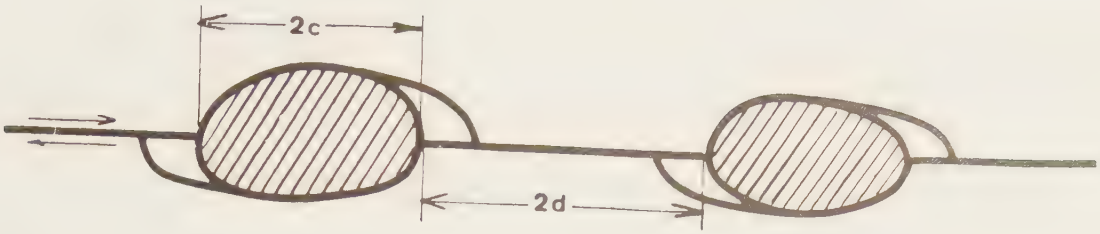
Il a été obtenu en écrivant que l'énergie élastique emmagasinée lors de l'ouverture de la fissure est supérieure à l'énergie nécessaire pour créer deux nouvelles surfaces libres.

Le problème est différent dans un métal, matériau moins fragile, où les fissures peuvent rencontrer au cours de leur propagation des obstacles constitués par des précipités, des joints de grains ... et où il peut y avoir relâchement des contraintes sur les lèvres de la fissure par déformation plastique.

On convient alors d'écrire le critère de GRIFFITHS de la façon suivante :

$$\boxed{\sigma^2 \geqslant \frac{2\mu \quad \Gamma_{eff}}{\Pi(1- \quad)C}} \qquad (1.3)$$

Fig. 1.5 Germination de cavités au niveau:



a) de précipités intergranulaires,

b) d'une marche du joint.

$\Gamma_{eff} = \Gamma_s + \Gamma_o + \Gamma_p$ est l'énergie effective de décohésion.

Γ_s l'énergie de surface, Γ_o l'énergie nécessaire au franchissement d'un obstacle, Γ_p l'énergie dépensée par relaxation plastique.

Le chemin suivi par la fissure, donc le type de rupture, transgranulaire ou intergranulaire, sera alors celui qui exigera pour sa propagation une énergie minimum.

- Pour provoquer une rupture transgranulaire, il faut créer deux surfaces libres dans la matrice, donc dépenser une énergie de surface $\Gamma_s = 2\,\gamma_s$ si γ_s est l'énergie de surface par unité d'aire du plan de fissure.
- Pour produire une rupture intergranulaire, il faut créer aussi deux surfaces libres, mais on récupère l'énergie de joint correspondante γ_{GB}.

On prendra alors : $\Gamma_s = \gamma_{1s} + \gamma_{2s} - \gamma_{GB}$

1.2.3.2 - La propagation des fissures du type Zener

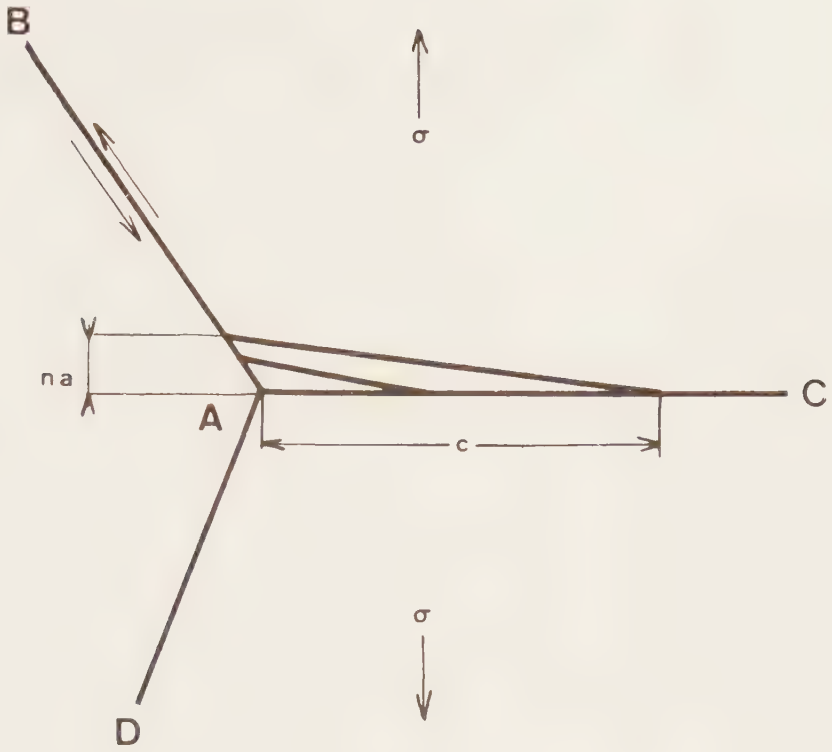
Nous avons supposé jusqu'à présent que seule la contrainte de traction σ assurait la propagation de la fissure. En fait, à ce premier mécanisme vient se superposer l'effet du glissement intergranulaire. Celui-ci augmente en effet la hauteur (na) des fissures initiées selon le mécanisme de Zener (fig. 1.6.a).

En présence d'une contrainte σ, la longueur d'équilibre C de la fissure est alors (STROH 1957) :

$$\boxed{C = \frac{4\mu\,\Gamma_{eff}}{\Pi(1-\nu)\sigma^2}\left[1 - \frac{\sigma\,na}{4\Gamma_{eff}} - \sqrt{1 - \frac{\sigma\,na}{2\Gamma_{eff}}}\right]} \qquad (1.4)$$

L'équilibre devient instable lorsque $\sigma na \geqslant 2\Gamma_{eff}$.

Fig. 1.6 Propagation d'une fissure:



a) de type Zener.

b) crée au niveau d'une marche.

c) crée au niveau d'un précipité.

La fissure atteint alors une taille critique C* au-delà de laquelle elle se propage instantanément :

$$\boxed{C^* = \frac{2\mu\Gamma_{eff}}{\Pi(1 - \nu)\sigma^2}} \qquad (1.5)$$

Le glissement intergranulaire contribue aussi au développement des fissures intergranulaires initiées au niveau des irrégularités du joint selon l'un des mécanismes décrits précédemment (1.2.2.3).

Il est à remarquer cependant que seule la longueur des fissures augmente et non leur hauteur (fig. 1.6.b et c). L'action de ce mécanisme, sans être déterminante quant au type de rupture, est surtout d'accélérer la propagation des fissures du type Zener.

1.2.3.3 - La cavitation

Nous n'avons pas mentionné la cavitation parmi les mécanismes de croissance des fissures intergranulaires. Elle fait, en effet, intervenir la diffusion des lacunes vers les zones sous tension au niveau du joint et ne peut par conséquent être efficace qu'à haute température et sous de faibles contraintes. Ce phénomène a été observé dans l'alliage Ni Cr 80 20 (WEAVER 1959 - 1960) après rupture par fluage à 750°C. Les essaisde traction que nous avons choisi pour ce matériau imposent des vitesses de déformation trop grandes pour que la cavitation puisse se manifester et elle a effectivement disparue au profit d'un autre mécanisme.

1.3 - La fragilité à haute température après irradiation aux neutrons

1.3.1 - Les défauts créés par irradiation

L'irradiation aux neutrons introduit dans un réseau métallique un certain nombre de défauts dont l'influence néfaste, à haute température en particulier, a très souvent été remarquée (HUGHES - CALEY 1963 ; FENNELL - ROBERTS 1964 ; BROOMFIELD et al. 1965).

L'effet variable de ces défauts avec les conditions expérimentales montre qu'ils appartiennent à deux types différents :

1.3.1.1 - Défauts ponctuels

Si l'énergie du neutron est suffisante, il y a création dans le réseau de défauts ponctuels par paires : lacunes interstitiels ; ces paires, dites de Frenkel, ont une mobilité assez grande pour migrer et former des amas, puis des boucles de dislocations.

Cette désorganisation importante du réseau métallique rend compte du durcissement observé aux températures moyennes, mais elle disparaît progressivement lors d'un recuit à haute température.

1.3.1.2 - Atomes transmutés

La particule incidente peut également transmuter un atome de l'alliage en un autre élément.

On distingue ainsi des réactions (n, p) et (n, α) produites par les neutrons rapides avec les atomes lourds comme le nickel, à section efficace faible et les réactions (n, α) produites par les neutrons thermiques avec les éléments légers de l'alliage, généralement des impuretés. Ainsi le bore, malgré sa faible teneur, peut donner naissance, grâce à la section efficace importante de la réaction ${}^{10}_{5}B + {}^{1}_{0}n \rightarrow {}^{7}_{3}Li + {}^{4}_{2}He$ à une grande quantité d'hélium (ALTER - WEBER 1965). Les autres éléments légers, carbone, oxygène, azote, n'apportent qu'une contribution très faible à cette production.

1.3.2 - Les mécanismes de fragilisation

Le comportement d'alliages sans bore ou dopés avec l'isotope ^{11}B du bore, qui ne donne pas lieu à une réaction (n, α), a montré sans ambiguité que la fragilité à haute température était liée à la présence d'hélium (WEIR - MARTIN 1964 - 1965 ; PFEIL - HARRIES 1965).

La fragilité intergranulaire des aciers inoxydables et des alliages de nickel, l'absence de fragilisation des monocristaux de nickel (colloque de Métallurgie CEA 1966) démontrent d'autre part que l'irradiation a modifié les propriétés du joint de grain.

Diverses hypothèses ont alors été envisagées pour expliquer cette différence de comportement, due à l'hélium, lors d'une déformation à haute température.

1.3.2.1 - Formation de bulles d'hélium

L'hélium, élément peu soluble dans une matrice métallique, précipite sous forme de bulles sur le joint de grain ou dans son voisinage dès qu'il atteint une concentration très faible.

La pression P_o du gaz dans une bulle de rayon r_o équilibre les forces de tension superficielle.

$$\boxed{P_o = \frac{2\gamma}{r_o}} \qquad (1.6)$$

γ étant la tension superficielle.

L'application d'une contrainte σ rompt alors cet équilibre :

$$P_o + \sigma > \frac{2\gamma}{r_o}$$

et entraîne la croissance de la bulle par apport de lacunes jusqu'à un nouvel état d'équilibre (P, r) (BARNES 1965 ; ROWCLIFFE et al. 1966).

Ce mécanisme favorise particulièrement la croissance des bulles intergranulaires, car le joint de grain permet une diffusion rapide des lacunes.

Ce modèle ne peut prétendre expliquer toute la diminution de ductilité observée, cependant il garde sa valeur à très haute température, où la diffusion des atomes de gaz rare et des lacunes s'établit plus facilement, et lorsque l'irradiation a produit de grandes quantités d'hélium.

1.3.2.2 - Durcissement induit par l'irradiation

L'observation par microscopie électronique ne révèle pas toujours la présence de bulles d'hélium et il est alors nécessaire d'imaginer d'autres mécanismes susceptibles de provoquer un abaissement de l'allongement de rupture.

Ainsi plusieurs études ont démontré l'existence d'une précipitation induite par l'irradiation dans des aciers inoxydables ou niobium (ARKELL - PFEIL 1964 ; ROY - SOLLY 1967). Les germes qui ont conduit à cette précipitation pourraient être les amas de défauts ponctuels créés ou bien directement par les neutrons, ou bien par les produits de la réaction $^{10}B(n, \alpha), ^{7}Li$.

D'autres études ont montré que, même après recuit à haute température, il pouvait subsister un réseau de dislocations créé par l'irradiation (HOLMES et al. 1968).

La présence de ces précipités ou de ces dislocations, dispersés aussi bien dans la matrice qu'au voisinage du joint de grain, peut rendre compte du durcissement observé pendant les essais de traction. Cet accroissement de contraintes accélère le glissement intergranulaire déjà important à haute température et diminue les possibilités de relaxation

plastique en bout de fissures, facilitant ainsi leur initiation et leur propagation selon l'un des processus décrits en 1.2.2 et 1.2.3.

1.3.2.3 - Diminution de l'énergie effective de décohésion

Cette dernière hypothèse découle des calculs de STROH et de GRIFFITHS sur l'initiation et la propagation des fissures.

L'examen des formules (1.1) et (1.3) montre en effet qu'une diminution de l'énergie effective de décohésion Γ_{eff} peut expliquer une fragilité intergranulaire plus grande après irradiation. Cette diminution pourrait provenir de deux mécanismes :

- les impuretés, sous-produits des réactions de transmutation nucléaire, en particulier le lithium et l'hélium, pourraient abaisser de façon très sensible l'énergie de surface Γ_s, donc le terme Γ_{eff} (ROY - SOLLY 1967 ; WEIR - MARTIN 1966 ; SAINFORT).
- l'hélium, qu'il soit ou non précipité sous forme de bulles peut être un obstacle au mouvement des dislocations au voisinage du joint de grain. Ce durcissement localisé réduit donc les possibilités de relaxation plastique lors de la propagation des fissures et diminue le terme Γ_p et par suite Γ_{eff}.

1.3.2.4 - Précipitation de l'hélium dans les fissures

L'hélium, drainé vers les joints de grains par les dislocations, peut précipiter dans les microfissures intergranulaires, introduisant ainsi une pression p d'hélium dont l'effet se superpose à celui de la contrainte de traction σ ; la taille critique d'instabilité C^* des fissures sera atteinte pour une valeur plus faible du glissement intergranulaire (cf. § 1.2.3.2) :

$$\boxed{C^* = \frac{2\mu\ \Gamma_{eff}}{\Pi(1-\nu)\ (\sigma+p)^2}} \qquad (1.7)$$

Ce mécanisme, cependant, ne sera véritablement efficace que dans les matériaux à forte teneur en hélium, où l'énergie effective de décohésion Γ_{eff} est de l'ordre de 10^3 à 10^4 ergs/cm^2 (SAINFORT et al. 1969).

REFERENCES CHAPITRE 1

H. ALTER, C.E. WEBER
J. Nuclear Mat. 1965 - 16 - 68

D.R. ARKELL, P.C.L. PFEIL
J. Nuclear Mat. 1964 - 12 - 145

M.F. ASHBY, L.M. BROWN
Phil. Mag. 1963 - 8 - 1083

M.F. ASHBY, L.M. BROWN
Phil. Mag. 1963 - 8 - 1649

R.S. BARNES
Nature 1965 - 206 - 1307

A.L. BEMENT
Communication présentée au 69ième meeting ASTM 1966

W. BETTERIDGE, A.W. FRANKLIN
J. Inst. Metals 1956, 1957 - 85 - 473

G.H. BROOMFIELD, D.R. HARRIES, A.L. ROBERTS
J. Iron Steel Inst. 1965 - 203 - 502

C.W. CHEN, E.S. MACHLIN
Acta Met. 1956 - 4 - 655

E.A. FELL
Mem. Sc. Rev. Met. 1961 - LVIII - 8 - 597

J. FENNELL, A.C. ROBERTS
J. Nuclear Mat. 1964 - 12 - 167

R.C. GIFKINS
Acta Met. 1956 - 4 -98

H. GLEITER, E. HORNBOGEN
Phys. Stat. Sol. 1965 - 12 - 235

H. GLEITER, E. HORNBOGEN
Phys. Stat. Sol. 1965 - 12 - 251

GRIFFITHS
Phil. Trans. Roy. Soc. A. 1921 - 221 - 163

J.E. HARRIS
Trans. AIME 1965 - 233 - 1509

H. HENSLER, R.C. GIFKINS
J. Inst. Metals 1963-1964 - 92 - 340

J.J. HOLMES, R.E. ROBBINS, J.L. BRINKALL, B. MASTEL
Acta Met. 1968 - 16 - 955

A.N. HUGHES, J. CALEY
J. Nuclear Mat. 1963 - 10 - 60

A. KELLY, R.B. NICHOLSON
Progress in Material Science 1963 - 10 - 148

Mac LEAN
Grain Boundaries in Metals - Oxford University Press - 1957 - p. 312

N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO
Proc. Phys. Soc. London 1940 - 52 - 86

R. NORDHEIM, N.J. GRANT
J. Metals - fev. 1954 - p. 211

E. OROWAN
Symposium on internal stresses in metals - Institute of Metals London
1947 - p. 451

P.C. PFEIL, D.R. HARRIES
ASTM STP 380 Am. Soc. Testing Mat. 1965 - p. 202

W.A. RACHINGER
J. Inst. Metals - 1952 - 1953 - 81 - 33

A.F. ROWCLIFFE, G.J.C. CARPENTER, H.F. MERRICK, R.B. NICHOLSON
Communication présentée au 68ième meeting ASTM 1966

R.B. ROY, B. SOLLY
J. Iron Steel Inst. 1967 - 205 - 58

G. SAINFORT, J. GREGOIRE, P. MORGAND, A. SILVENT, G. CABANE
J. Nuclear Mat. 1969 - 30 - 222

A. SILVENT, J.P. ANDRE, F. FERRIEUX, J. FRENKEL, J. LEMAIRE,
P. MORGAND, G. SAINFORT
10ième colloque de Métallurgie CEA 1966

E. SMITH, J.T. BARNBY
Metal Science Journal 1967 - 1 - 1

A.N. STROH
Proc. Roy. Soc. A. 1954 - 223 - 404

A.N. STROH
Advances in Phys. 1957 - 6 - 418

A. TAYLOR
J. Metals 1954 - 6 - 211

A. TAYLOR, R.W. FLOYD
J. Inst. Metals 1951 - 52 - 80 - 577

A. TAYLOR, R.W. FLOYD
J. Inst. Metals 1952 - 53 - 81 - 25

A. TAYLOR, R.W. FLOYD
J. Inst. Metals 1952 - 53 - 81 -451

G.C. WEATHERLY, R.B. NICHOLSON
Phil. Mag. 1968 - 17 - 801

W. WEAVER
J. Inst. Metals - 1959-60 - 88 - 296

W. WEAVER
J. Inst. Metals - 1959-60 - 88 - 462

J.R. WEIR, W.R. MARTIN
Rapport ORNL - TM - 1964 - 1005

J.R. WEIR, W.R. MARTIN
Rapport ORNL - TM - 1965 - 906

J.R. WEIR, W.R. MARTIN
Rapport ORNL - TM - 1966 - 1516

R.W. WILDE, N.J. GRANT
J. Metals 1954 - 9 - 865

ZENER
Elasticity and Anelasticity of Metals 1948 - p. 158

CHAPITRE 2

LES METHODES EXPERIMENTALES

Nous décrivons dans ce chapitre les techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude, ainsi que les méthodes de mesure de certaines grandeurs caractéristiques.

Après la préparation des éprouvettes de traction, nous aborderons les essais mécaniques, puis les méthodes d'examen par microscopie optique et électronique.

2.1 - Préparation des éprouvettes de traction

2.1.1 - Laminage

Les 2 nuances de l'alliage utilisées proviennent des aciéries d'Imphy et nous ont été livrées sous forme de barres cylindriques de diamètre 12 mm.

Pour fabriquer un nombre suffisant d'éprouvettes, nous avons laminé ces barres à haute température (1050°C), ce qui évitait une précipitation gênante de la phase durcissante γ', et nous avons ramené leur diamètre à 9 mm. Ce laminage a toutefois laissé quelques traces dans les éprouvettes obtenues car, même après les différents traitements thermiques, le grain est resté légèrement allongé (environ 10 %) et nous avons dû en tenir compte notamment lors des mesures de glissement intergranulaire.

2.1.2 - Usinage

Les éprouvettes ont été usinées au tour à partir de ces barres laminées. Ce modèle d'éprouvette choisi a une forme cylindrique (fig. 2.1) : sa partie utile de longueur 2 cm a un diamètre de 3 mm identique à celui du porte objet de la platine du microscope électronique (voir § 2.4.1.1). La tête de l'éprouvette se compose de deux parties : une première partie de diamètre 5 mm assure le centrage de l'éprouvette dans les mordaches de la machine de traction ; son raccordement à la partie utile se fait par un congé nécessaire pour éviter les amorces possibles de rupture prématurée, mais cependant sans influence notable sur les valeurs des différentes caractéristiques mécaniques ; une deuxième partie d'un diamètre de 8 mm supporte les efforts de traction.

2.1.3 - Traitements thermiques

Après usinage, les éprouvettes ont subi différents traitements thermiques sous un vide de 10^{-5} mm Hg, ce qui n'a pas évité cependant une très légère oxydation superficielle. La température de chaque traitement a été contrôlée par deux thermocouples et nous avons enregistré avec le type de four utilisé un gradient de température d'environ 5°C à 800°C et de 10°C à 1100°C.

2.1.4 - Irradiations

Ces irradiations ont eu lieu à la température ambiante et ont été effectuées dans les réacteurs du CEN-Grenoble : Mélusine pour les doses inférieures à 10^{19} nvt et Siloé pour les doses supérieures.

2.2 - Essais mécaniques

Les éprouvettes irradiées, et non irradiées, ont été déformées sur une machine Instron. Les tractions ont eu lieu à l'air et les éprouvettes ont été placées directement dans le four à la température choisie et y ont été maintenues une heure avant traction pour assurer une parfaite homogénéisation de la température. Celle-ci est mesurée

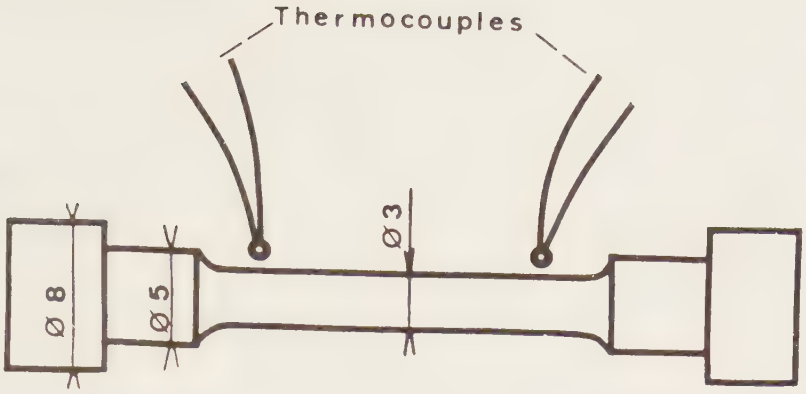


Fig. 2.1 Eprouvette de traction.

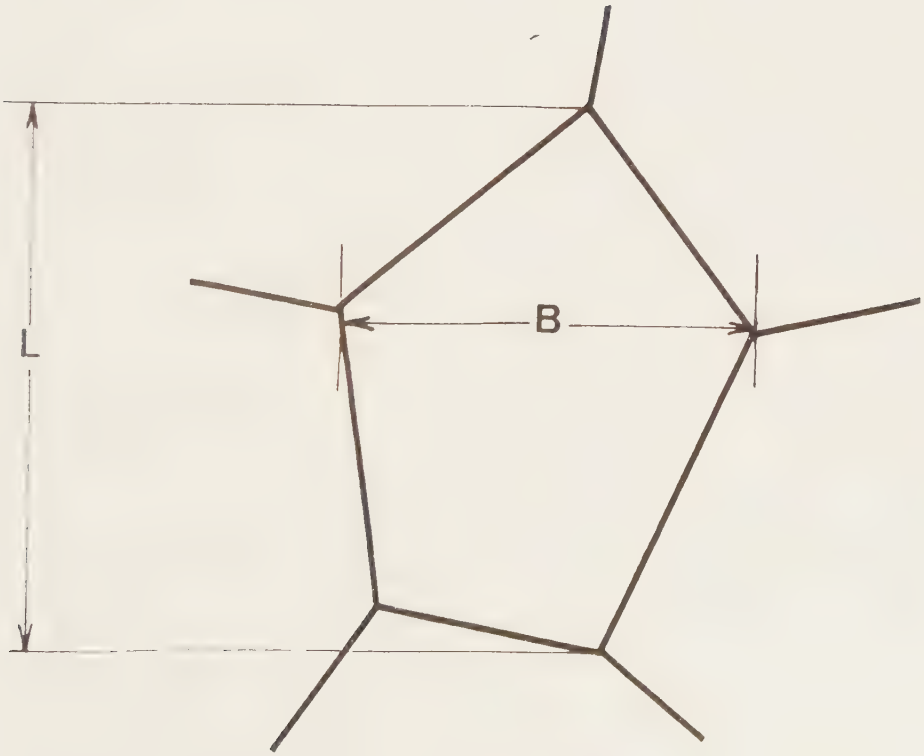


Fig. 2.2 Définition des dimensions L et B d'un grain.

au moyen de deux thermocouples placés le long de la partie utile de l'éprouvette (fig. 2.1) ; nous avons relevé un gradient de température de 5°C entre les thermocouples pour une température de traction de 600°C.

La vitesse de déformation est constante et a été pour tous nos essais de $4,16.10^{-4}$ sec^{-1}.

Nous avons cru bon, d'autre part, de doubler les essais de traction des éprouvettes irradiées, dont l'extrême fragilité entraînait une certaine dispersion dans la mesure des caractéristiques mécaniques.

2.3 - Microscopie optique

2.3.1. Enrobage

Tous les échantillons destinés à l'observation par microscopie optique ont été au préalable enrobés dans un cylindre de bakélite pour faciliter les opérations successives de polissage.

L'enrobage se fait à une température de 150°C environ et sous pression ; ces conditions, toutefois, n'induisent dans l'échantillon aucune modification de structure.

2.3.2 - Polissage

Ces échantillons ont été dégrossis par abrasion sur des papiers à grain de plus en plus fin avant de subir un polissage de finition au diamant.

Toutes les observations ont été faites sur des sections longitudinales et autant que possible passant par l'axe des éprouvettes de façon à éliminer les effets d'une éventuelle hétérogénéité de structure.

2.3.3 - Attaque

Une attaque chimique de 5 minutes à la température ambiante dans une solution concentrée d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (1 pour 5 respectivement) révèle bien les joints de grains et toutes les phases carbures.

La phase γ' est généralement dispersée de façon trop fine pour être observable au microscope optique.

Cette méthode d'attaque a été utilisée pour les éprouvettes non irradiées jusqu'à une dose de 10^{18} nvt. Pour les éprouvettes plus actives, qui ne peuvent être manipulées sans protection, l'attaque chimique pose des problèmes difficiles et a été remplacée par une attaque ionique.

2.3.4 - La méthode de Rachinger

Nous avons vu au § 1.2 le rôle essentiel joué par le glissement intergranulaire dans l'apparition des fissures à haute température. Le calcul de la contribution de ce glissement à la déformation totale peut donner des renseignements intéressants sur les mécanismes de rupture dans la mesure où l'on a pu éliminer les paramètres qui viennent généralement perturber le calcul : migration des joints, recristallisation, déformation "anormale" des grains situés en surface ....

Nous avons choisi la méthode de RACHINGER (RACHINGER 1952-1953) en l'appliquant aux grains situés à l'intérieur du métal.

RACHINGER admet que la déformation totale e_t d'une éprouvette de traction est due :

- à la déformation moyenne du grain e_g
- au glissement intergranulaire e_{gb}
- éventuellement à la formation de fissures (e_c)

et il écrit :

$$\boxed{e_t = e_g + e_{gb} + e_c} \qquad (2.1)$$

- Si l'on considère uniquement les grains situés dans la zone à allongement réparti, e_t est donné par la courbe de traction (fig. 4.1).
- Aux températures inférieures à 600°C, il n'apparaît pas de fissures et $e_c = 0$.
- e_g se déduit des mesures des dimensions longitudinales L et transversales B du grain après déformation (fig. 2.2).

La conservation du volume du grain pendant la traction montre que si un grain subit une déformation longitudinale e_g, il sera réduit dans la direction perpendiculaire d'un facteur $(1 + e_g)^{-1/2}$.

Nous mesurons donc :

$$\frac{L}{B} = \frac{1 + e_g}{(1+e_g)^{-\frac{1}{2}}} = (1 + e_g)^{3/2}$$

d'où l'on tire :

$$\boxed{e_g = \left(\frac{L}{B}\right)^{2/3} - 1} \qquad (2.2)$$

RACHINGER comptait dans chaque direction le nombre de grains interceptés par une ligne de longueur connue ; mais cette méthode a été améliorée par HENSLER et GIFKINS (1963-1964) qui mesurent pour chaque grain les valeurs L, B et $\frac{L}{B}$; la précision est alors beaucoup plus grande, mais la méthode toutefois doit être appliquée avec prudence.

2.4 - Microscopie électronique par transmission

Toutes les micrographies électroniques illustrant ce travail ont été faites à l'aide d'un microscope JEM 120 kV.

2.4.1 - Préparation des échantillons

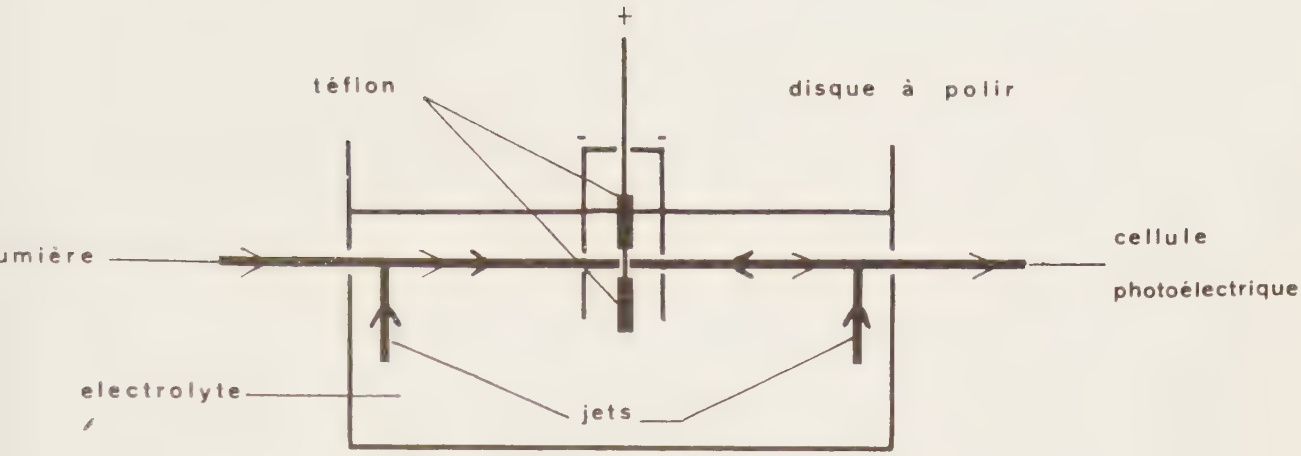
2.4.1.1 - Principe

Parmi les méthodes de préparation des lames minces par polissage électrolytique nous avons choisi celle suggérée par HEIDENRICH (1949).

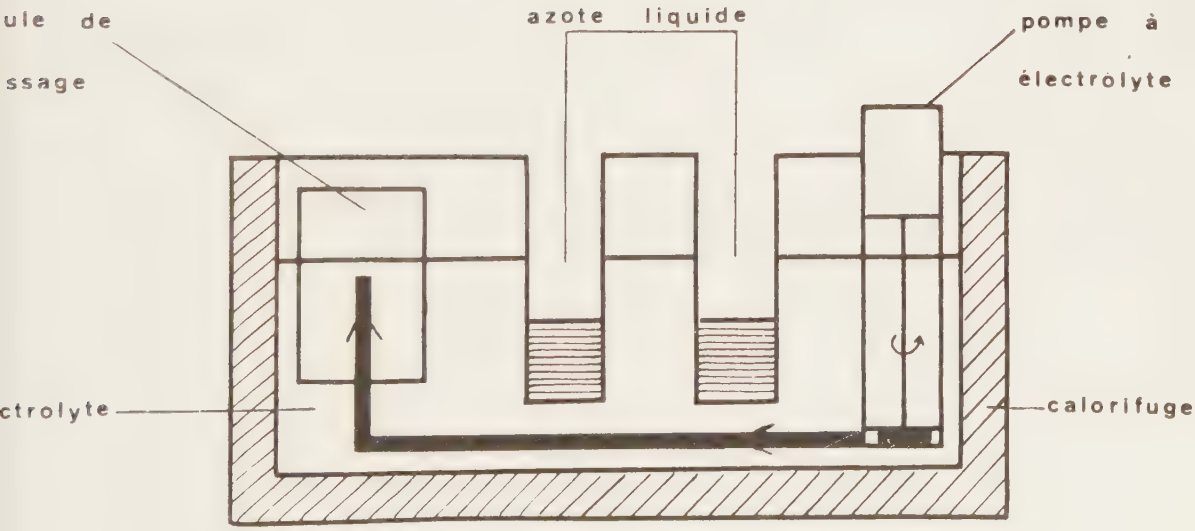
Cette méthode, maintenant mise au point (DEWEY 1963 ; BRIERS etal. 1964), utilise des disques de métal de 3 mm de diamètre et de $\frac{1}{10}$ mm d'épaisseur, découpés dans la partie utile de l'éprouvette, qui, après amincissement, peuvent être placés directement dans le porte-échantillon du microscope sans le secours d'aucune grille. La zone transparente est donc visible dans sa totalité et l'échantillon, une fois aminci, ne nécéssite plus de manipulations, en particulier de découpages. Nous avons d'ailleurs pu constater en observant des échantillons non écrouis que toutes ces opérations n'introduisaient pas de dislocations supplémentaires.

2.4.1.2 - La cellule de polissage

Nous avons utilisé l'appareil de polissage électrolytique mis au point par LE COADIC (1968) dont le principe est le suivant : le disque de métal est inséré dans un support en téflon PTFE de telle façon que seule la partie centrale soit au contact de l'électrolyte ; deux jets d'électrolyte dans l'électrolyte lui-même sont centrés sur la pastille (fig. 2.3). L'application d'une tension continue entre l'échantillon et deux cathodes de platine assure alors un polissage identique sur chacune des faces de la pastille.



ig. 2.3 Schéma de la cellule de polissage.



ig. 2.4 Schéma du dispositif de polissage à basse température.

Un dispositif d'arrêt automatique du polissage, utilisant une cellule photo-électrique, permet, grâce à son temps de réponse très faible, d'obtenir un trou de diamètre minimum. Cette méthode fournit, en général, une large zone autour du trou, transparente aux électrons et permet de préparer une lame mince en un temps très court et avec peu de manipulations.

2.4.1.3 - Dispositif basse température

Les électrolytes habituellement employés pour le polissage de l'alliage Ni Cr 80 20 (POULIGNIER - JACQUET 1952), donnant une vitesse de polissage trop grande à la température ambiante, nous avons dû modifier le dispositif précédent pour l'utiliser à basse température (fig. 2.4).

Le refroidissement de la solution se fait au moyen de plusieurs bacs plongeants dans l'électrolyte et remplis d'azote liquide.

Une pompe à débit variable assure la circulation de l'électrolyte et l'homogénéisation de la température.

Il est ainsi possible d'atteindre en quelques minutes une température de l'ordre de - 50°C et de la maintenir constante à environ 1°C près dans la cellule de polissage.

C'est là en effet une condition essentielle, car une faible variation de température entraîne une forte variation de la densité de courant et modifie le potentiel de polissage.

Cet appareil, d'autre part, s'est révélé d'un emploi très commode pour le polissage des échantillons irradiés car il utilise très peu de métal et ne nécessite que très peu de manipulations, ce qui limite les risques d'irradiation.

2.4.1.4 - Conditions de polissage

Le relevé de courbes de polarisation, courant i, tension V aux bornes de la cellule, permet une détermination rapide des conditions de polissage (fig. 2.5).

Dans la région AB, il y a dissolution sans polissage.

Celui-ci se déroule sur le palier BC. Néanmoins une étude plus approfondie du phénomène montrerait que les conditions idéales de polissage sont obtenues seulement dans une étroite zone autour du point C.

Au-delà de C on assiste, à l'anode, à un dégagement gazeux (LE COADIC 1968).

Nous avons déterminé les courbes i(V) pour différentes températures (fig. 2.5). Celles-ci montrent bien la nécessité d'un contrôle rigoureux de la température et d'une bonne stabilisation du potentiel de polissage dans la conduite de l'amincissement.

L'électrolyte a la composition suivante :

- acide perchlorique : 200 cm^3
- alcool éthylique : 700 cm^3
- glycérol : 100 cm^3

Grâce à sa forte teneur en alcool éthylique, il reste très fluide, même à - 50°C. Nous l'avons utilisé la plupart du temps à - 30°C pour obtenir une vitesse de polissage suffisante.

Le potentiel de polissage est alors de 29,5 V et la densité de courant de 20 $mA.mm^{-2}$.

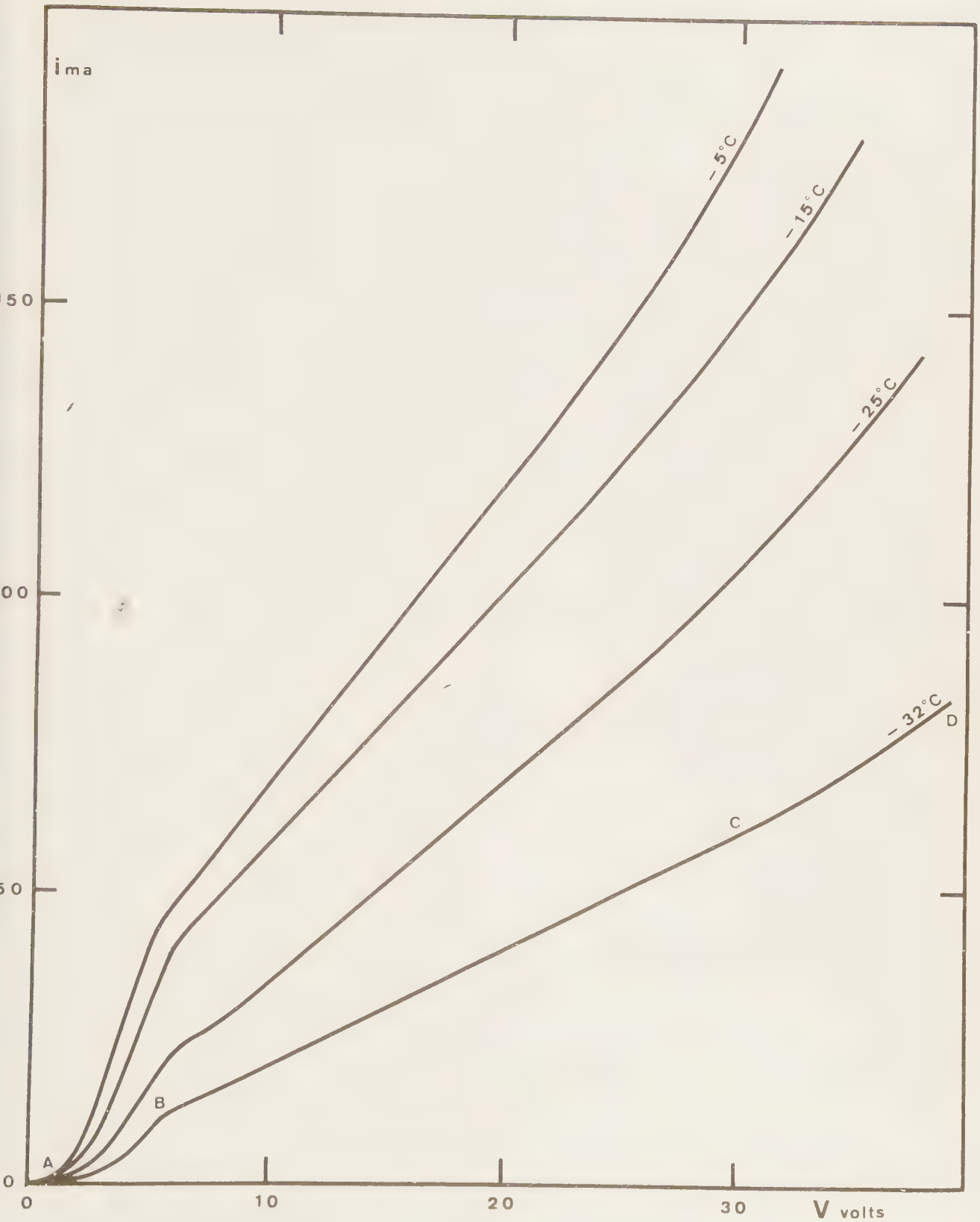


Fig. 2.5 Influence de la température sur la forme des courbes de polarisation i(V).

2.4.2 - Interprétation du contraste produit par les précipités γ'

Les précipités γ' donnent naissance, en microscopie électronique par transmission, à un système de franges symétriques par rapport à une ligne de contraste nul, perpendiculaire au vecteur diffraction $\vec{g}$ (fig. 2.6).

Ce contraste est dû aux contraintes existant autour des précipités (§ 1.1.2.1) et s'interprète de façon satisfaisante dans le cadre des approximations de la théorie dynamique.

ASHBY et BROWN (1963) ont pu ainsi obtenir les profils d'intensité transmise en considérant des particules sphériques de rayon r_o entourées d'un champ de contraintes à symétrie sphérique.

Les déplacements atomiques u autour des particules sont alors (MOTT - NEBARRO 1940) :

$$\begin{cases} u_r = \epsilon \dfrac{r_o^3}{r^2} & \text{pour } r \geqslant r_o \\ u_r = \epsilon\, r & \text{pour } r \leqslant r_o \end{cases}$$

où :

$$\epsilon = \frac{3K\delta}{3K + \dfrac{2E}{1+\nu}}$$

K est le module de rigidité du précipité ; E le module d'Young de la matrice et ν son coefficient de Poisson.

$\delta = \dfrac{2(a-a')}{a+a'}$ caractérise la différence entre les paramètres de la matrice a' et du précipité a.

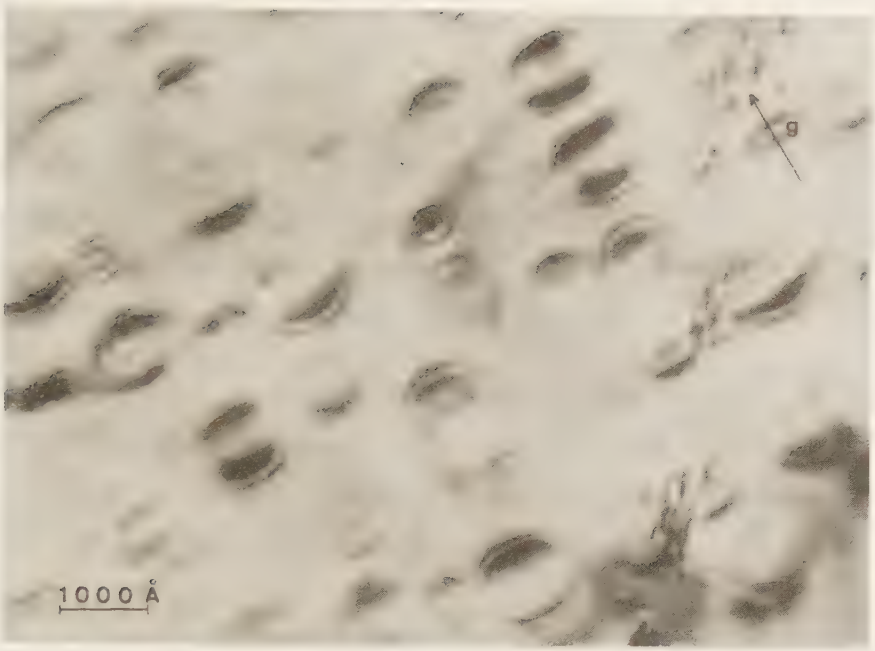


Fig. 2.6 Contraste présenté par les précipités γ'. Noter la ligne de contraste nul perpendiculaire au vecteur $\vec{g}$.

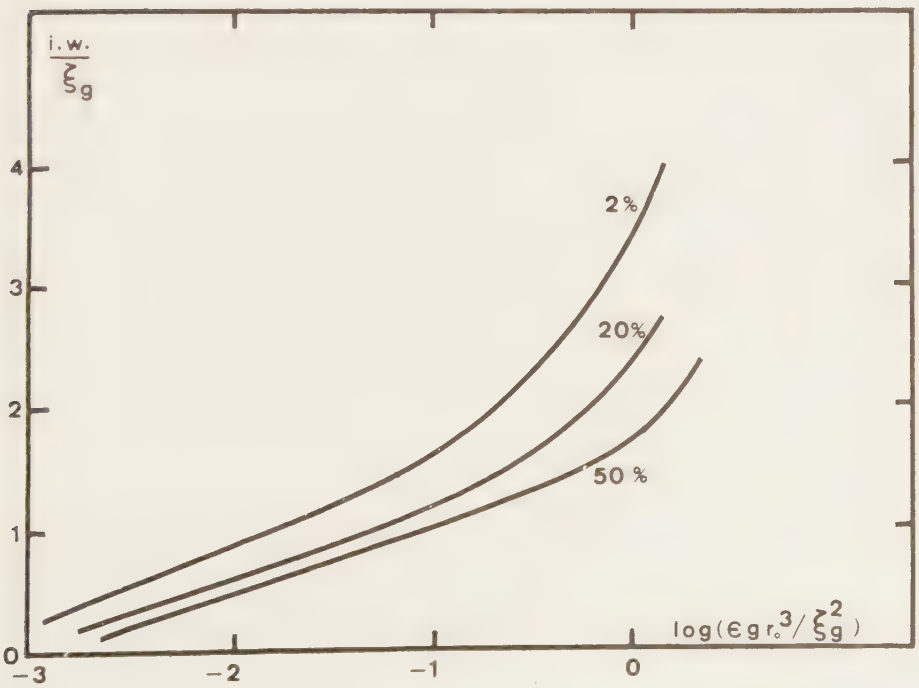


Fig. 2.7 Diagramme permettant la détermination du coefficient ε (d'après Ashby et Brown — 1963).

2.4.3 - Mesure des paramètres ϵ et δ

Le contraste observé varie avec le vecteur diffraction $\vec{g}$. On définit alors pour un précipité de rayon r_o la "largeur d'image" (i.w) par le diamètre apparent du précipité correspondant à une modification de 50 %, 20 % ou 2 % de l'intensité du fond continu.

Si ξg est la distance d'extinction pour la réflexion g, le rapport $\frac{i.w}{\xi_g}$ dépend uniquement de ϵ, g, ξ_g et r_o (ASHBY - BROWN 1963) (fig. 2.7). Il est alors possible connaissant g, ξ_g et en mesurant r_o et i.w, d'en déduire la valeur de ϵ et par suite celle de δ.

REFERENCES CHAPITRE 2

G.W. BRIERS, D.W. DAWE, M.A.P. DEWEY, I.S. BRAMMAR
J. Inst. Metals 1964 - 93 - 77

M.A.P. DEWEY, T.G. LEWIS
J. Sci. Instrum. 1964 - 40 - 385

R.D. HEIDENRICH
J. Applied Phys. 1949 - 20 - 993

Y. LE COADIC
Thèse - Juillet 1968

J. POULIGNIER, P.A. JACQUET
Rev. Métall 1952, XLIX, n° 8 - 541

W.A. RACHINGER
J. Inst. Metals 1952 - 1953 - 81 - 33

CHAPITRE 3

LA DISTRIBUTION DE L'HELIUM APRES IRRADIATION

3.1 - Introduction

3.1.1 - But de l'étude

Que l'hélium soit en grande partie responsable de la fragilisation après irradiation, voilà un fait d'expérience que nous ne saurions songer à contester.

Nombreux, en effet, sont les exemples de son influence catastrophique, à haute température, sur les propriétés mécaniques de nickel et de ses alliages.

Le but de cette étude ne sera donc pas d'ajouter un document de plus à une liste déjà longue, mais d'apporter certains éléments indispensables à une meilleure approche du problème de la fragilisation.

Il est, en particulier, difficile ou illusoire de proposer un modèle théorique sans avoir auparavant une idée très précise de la répartition spatiale de l'hélium produit par réaction nucléaire ; sinon tout au plus, peut-on envisager des mécanismes possibles d'interaction entre l'hélium et les différents défauts cristallins : joints de grains, dislocations...

L'objet essentiel du présent chapitre sera donc de réunir ces documents indispensables sur la distribution de l'hélium après irradiation ; nous pourrons alors aborder au chapitre suivant l'étude proprement dite de l'influence de l'hélium sur les propriétés mécaniques.

3.1.2 - Traitements thermiques - Irradiation

Un moyen très simple de mettre en évidence la présence de l'hélium dans le métal irradié, est de le rassembler en bulles visibles au microscope électronique. Cette opération risque évidemment de perturber la distribution initiale de l'hélium, mais nous verrons que, malgré ce petit inconvénient, nous pourrons en tirer des renseignements intéressants.

Le choix de cette solution nous impose alors :

- d'une part, d'irradier assez fortement (ici $1,8.10^{20}$ nvt rapides, 9.10^{20} nvt thermiques) un alliage dont la teneur en bore (250 ppm atomiques) est suffisamment importante pour assurer la formation d'une grande quantité d'hélium,
- d'autre part, de choisir pour l'alliage une structure qui ne soit pas, ou peu, modifiée par les recuits de précipitation de l'hélium après irradiation.

Nous avons utilisé la nuance 1 de l'alliage, dont la composition a été donnée précédemment (§ 1.1.1) et nous lui avons fait subir les traitements thermiques suivants (traitement A) :

8 H à 1080°C → trempe à l'eau → 100 H à 800°C

La détermination du traitement thermique de mise en solution de 8 heures à 1080°C est le résultat d'un compromis : il nous fallait bien sûr choisir une température assez haute et une durée de traitement suffisante pour dissoudre les phases carbures, mais cette température ne devait pas être trop élevée si l'on voulait éviter un grossissement exagéré du grain qui aurait réduit les chances d'observer des joints de grains en microscopie électronique.

Le traitement commun de précipitation des phases carbures et de la phase γ', d'une durée de 100 heures à 800°C, a été retenu pour sa longue durée, car il permet d'envisager des recuits après irradiation de l'ordre de 24 heures à 800°C sans influence notable sur la structure de l'alliage (FELL 1961).

3.1.3 - Structure de l'alliage

3.1.3.1 - Les phases carbures

Les phases carbures précipitées sont dans leur presque totalité du type $Cr_{23}C_6$ comme le montrent les courbes de transformation isotherme d'un alliage de cette composition (FELL 1961) et la microscopie électronique (fig. 3.1).

- Au joint de grain, ces précipités, de taille assez importante, (environ 0,6 μ) laissent entre eux des portions de joint de 0,2 à 0,5μ libres de toute précipitation. Ils se raccordent à l'un des grains par une interface partiellement cohérente, l'interface avec l'autre grain restant incohérente (fig. 3.1).
- Dans la matrice, ils prennent la forme de polyèdres de taille supérieure à celle des précédents (2 μ). Leur distance moyenne est d'environ 20μ ; le grain moyen, de taille 60 μ, contient donc une cinquantaine de ces précipités.

3.1.3.2 - La phase γ'

Les micrographies 3.1 et 3.2 reflètent bien l'homogénéité d'ensemble de la précipitation γ'. Les particules γ' semblent en effet être réparties entièrement au hasard dans l'alliage : nous ne distinguons ni site préférentiel de précipitation, ni alignements ; rien de plus ne vient briser de façon sensible cette uniformité dans la distribution en volume, pas même la présence d'un joint de grain (fig. 3.1).

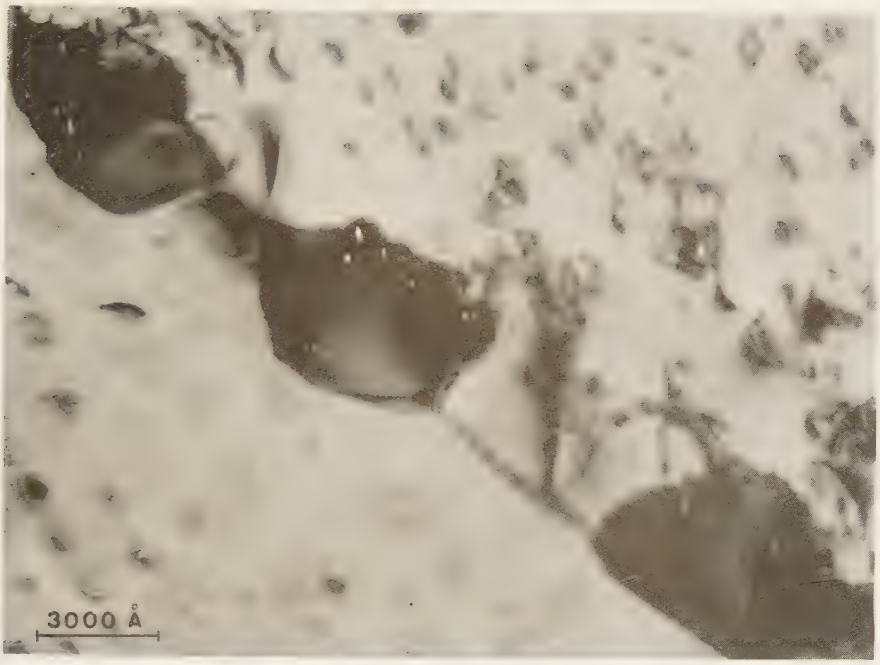


Fig. 3.1 Un joint de grain après le traitement A.

Fig. 3.2 La précipitation γ' après le traitement A.

Uniformité aussi de leur distribution en taille : leur diamètre varie en effet de 450 Å à 1050 Å pour un diamètre moyen de 810 Å dont l'intervalle de confiance à 95 % est de :

$$(810 \pm 60)\ \text{Å}$$

Nous avons pu estimer d'autre part la fraction en volume f d'alliage occupée par la phase γ', en comptant le nombre précipités par unité de surface de lame mince. Cette mesure, dont la précision est celle de la détermination de l'épaisseur de la lame, a donné pour f la valeur :

$$\boxed{f = (8 \pm 2) \cdot 10^{-2}}$$

valeur raisonnable puisque l'alliage contient 1,35 % d'aluminium et 2,7 % de titane.

3.2 - L'hélium dans le réseau après irradiation

3.2.1 - Son origine

3.2.1.1 - Observations par microscopie électronique

L'observation d'un échantillon irradié, puis recuit 100 H à 700°C, si elle ne permet de déceler aucune modification de structure dans la matrice, révèle par contre l'existence de bulles d'hélium au voisinage du joint de grain (fig. 3.3).

Ces bulles, sphériques, se répartissent dans une zone de 2,9 μ d'épaisseur de part et d'autre du joint de grain (fig. 3.4). Leur diamètre, compris entre 15 Å et 300 Å, décroît en moyenne lorsqu'on s'éloigne du joint (fig. 3.5).

Fig. 3.3 Bulles d'hélium au voisinage d'un joint de grain.

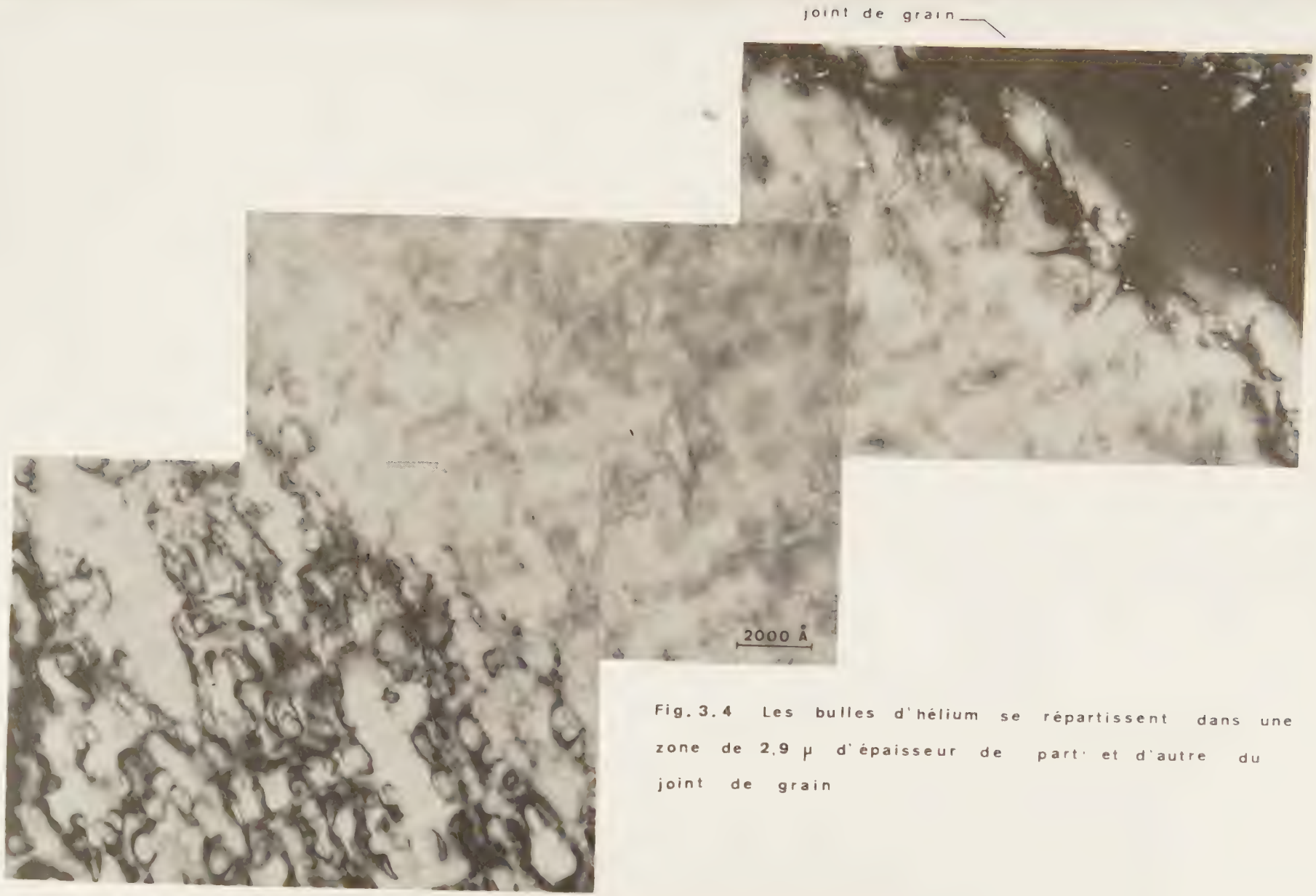


Fig. 3.4 Les bulles d'hélium se répartissent dans une zone de 2,9 μ d'épaisseur de part et d'autre du joint de grain

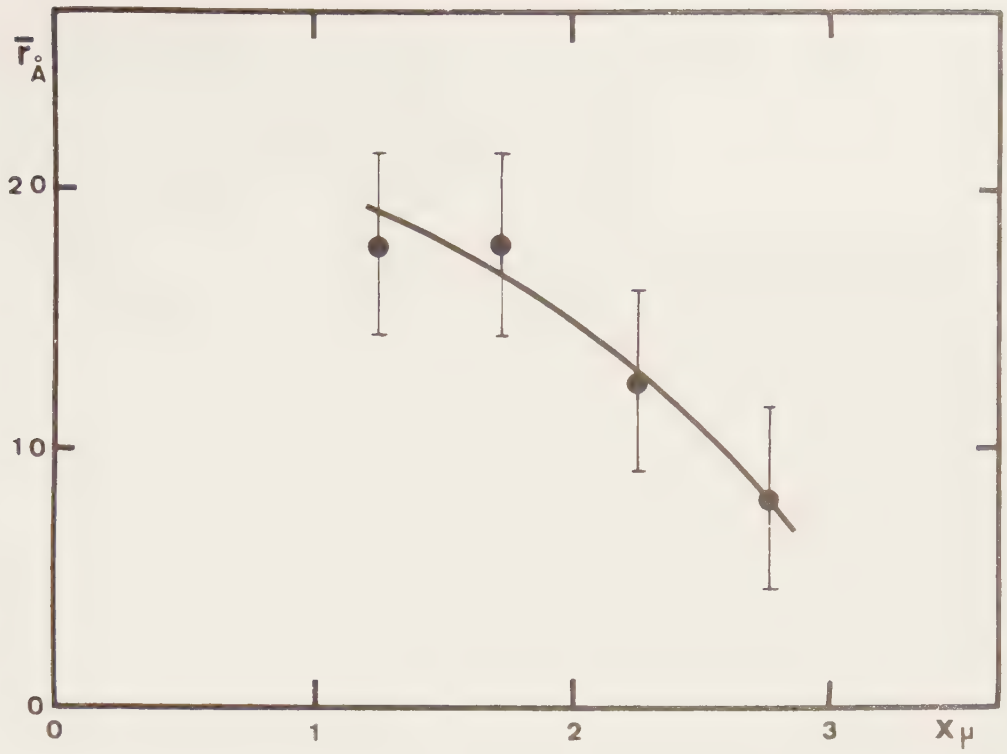


Fig. 3.5 Rayon moyen $\bar{r}$ des bulles en fonction de la distance x au joint.

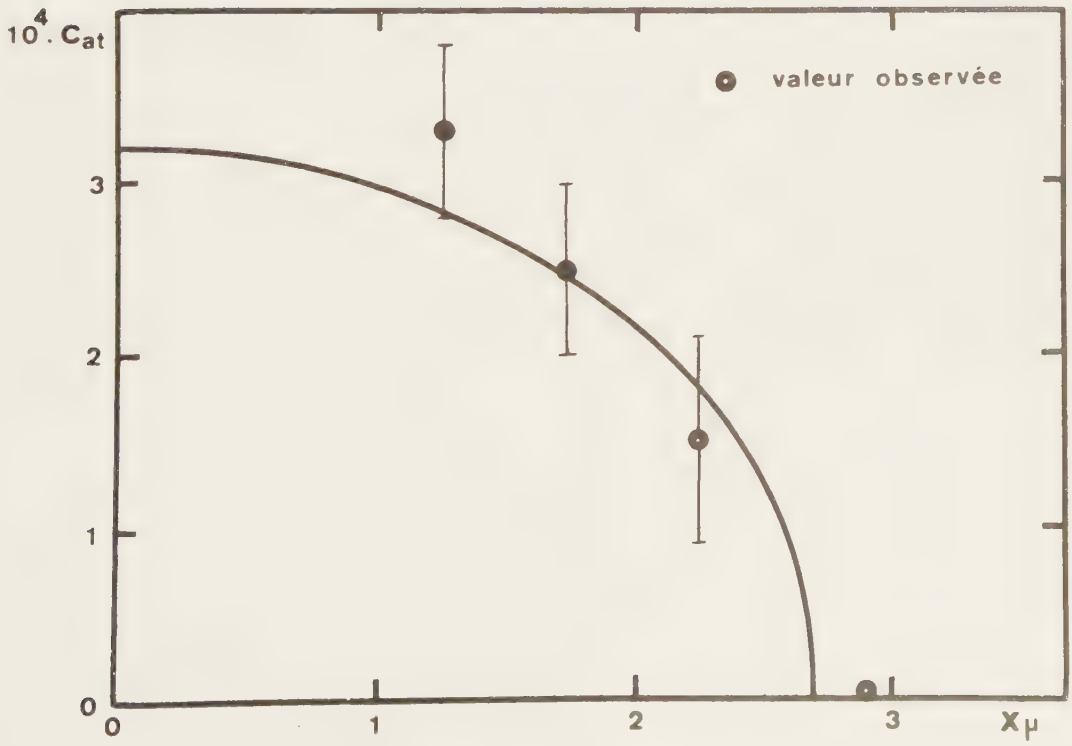


Fig. 3.6 Concentration atomique C en hélium en fonction de la distance x au joint.

3.2.1.2 - Interprétation

Il est intéressant de comparer la valeur de l'épaisseur e de la zone précédente à la distance de recul R des particules α dans une matrice Ni-Cr 80-20 (WILLIAMSON et al. 1966) ; les noyaux d'hélium, sous-produits de la réaction nucléaire :

$$^{10}_{5}B + ^{1}_{0}n \rightarrow ^{7}_{3}Li + ^{4}_{2}He + 2,79 \text{ MeV}$$

parcourent en effet dans ce milieu une distance R = 2,66 μ ; ils sont émis dans toutes les directions avec une même probabilité et leur trajectoire est rectiligne.

Nous constatons alors que la distribution observée de l'hélium est identique à celle que nous devrions obtenir si le bore, source de particules α, était situé au joint de grain.

Nous accepterons cette hypothèse, déjà admise par quelques théories de la fragilisation (§ 1.3) en faisant toutefois une remarque : cette interprétation n'est valable, en toute rigueur, que dans la mesure où le traitement thermique après irradiation n'a pas modifié dans son ensemble la distribution de l'hélium au voisinage du joint de grain ; la mobilité des lacunes et des atomes d'hélium est en effet, à 700°C, assez importante (HASTINGS - RUSSELL 1965-1967) pour justifier une telle objection, mais nous le verrons (§ 3.3), la précipitation de l'hélium est ici liée de façon trop étroite au réseau de dislocations et à la précipitation γ' pour cette éventualité ait pu se produire et pour que la coïncidence entre les chiffres ci-dessus soit fortuite.

Il nous reste maintenant à compléter ce modèle en précisant plus avant la place occupée par les atomes de bore dans le réseau. Nous pensons en particulier que le bore a pu se substituer au moins en partie au carbone dans le réseau des précipités intergranulaires de carbure de chrome $Cr_{23}C_6$. Faute de preuves, nous nous contenterons de dire qu'un tel échange est physiquement possible car les atomes de bore et de carbone sont très voisins et nous rappelerons que ce phénomène se

produit avec l'alliage A 286 irradié dont les précipités intergranulaires de Ti (C, B) s'entourent, après recuit, d'un nuage de bulles d'hélium (WOODFORD - SMITH - MOTEFF 1967)

3.2.2 - Sa concentration

3.2.2.1 - Variation de la concentration théorique C(x) avec la distance x du joint

Nous envisagerons pour simplifier ce calcul un joint de grain plan (fig. 3.7), source de particules α, qui, émises dans toutes les directions avec une même probabilité, parcourent une même distance R.

Un point M, situé à la distance x du joint recevra les particules α issues d'un cercle de rayon r tel que $r^2 = R^2 - x^2$. La concentration en M sera donc proportionnelle au périmètre de ce cercle :

$$C(x) = K \sqrt{R^2 - x^2}$$

Nous exprimerons la constante K en fonction de la concentration moyenne C_o en écrivant :

$$\int_0^R C(x)\, dx = C_o . R \qquad \text{d'où : } K = \frac{4C_o}{\pi R}$$

et :

$$\boxed{C(x) = \frac{4C_o}{\pi} \sqrt{1 - \frac{x^2}{R^2}}}$$

une inconnue subsiste : C_o.

3.2.2.2 - Concentration moyenne théorique C_o en hélium

Il nous suffit pour mener ce calcul de déterminer le nombre d'atomes d'hélium créés par l'irradiation et le volume dans lequel ils sont répartis.

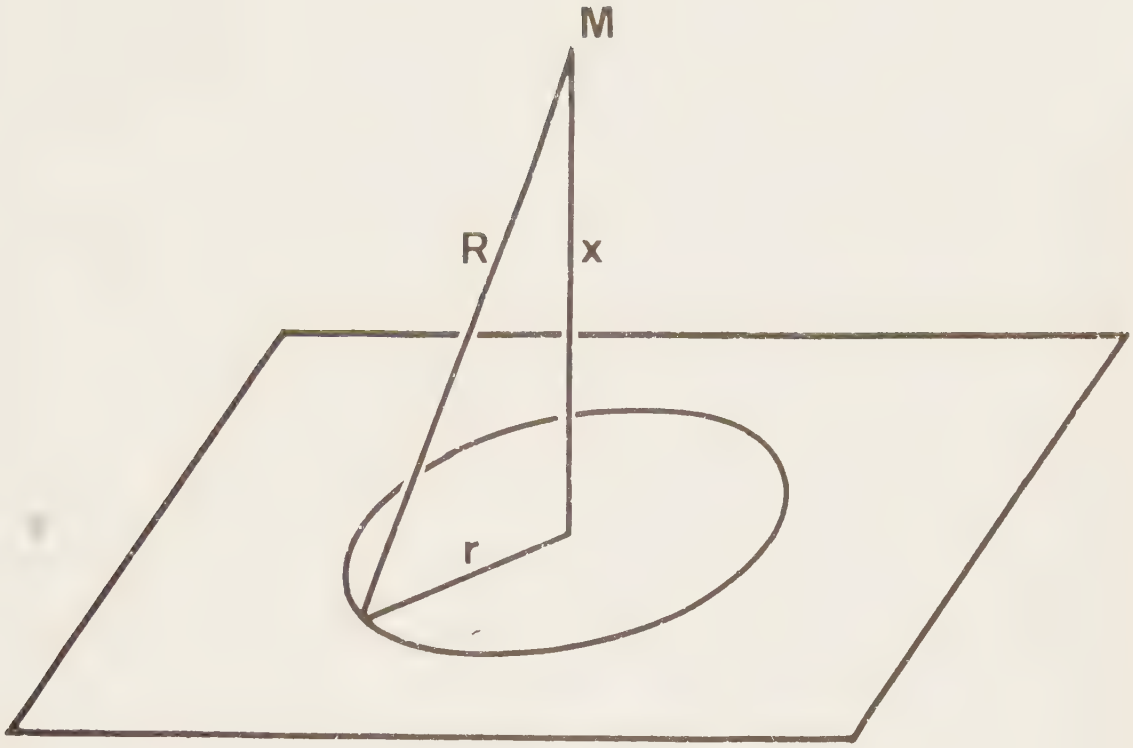


Fig. 3.7 Modèle utilisé pour le calcul de c(x).

Nombre d'atomes d'hélium créés par l'irradiation

Si N(t) est le nombre d'atomes de bore non transmuté au temps t, σ la section de capture de la réaction ${}^{10}_{5}B(n, \alpha), {}^{7}_{3}Li$, et $\emptyset$ l'intensité du flux des neutrons thermiques qui seuls produisent la réaction précédente, la vitesse de transmutation des atomes de bore peut s'écrire :

$$\frac{DN}{dt} = - N(t) \cdot \sigma \cdot \emptyset$$

L'intégration de cette équation conduit à :

$$N(t) = N_o \cdot e^{- \sigma . \emptyset . t}$$

où N_o est le nombre initial d'atomes de bore.

Nous en déduisons le nombre d'atomes d'hélium $N_{He}(t)$ créés au bout du temps t :

$$N_{He}(t) = N_o = N(t) = N_o \left(1 - e^{- \sigma . \emptyset . t}\right) \simeq N_o \cdot \sigma \cdot \emptyset \cdot t$$

Si maintenant nous appelons, k la proportion dans le bore naturel de l'isotope ${}^{10}_{5}B$ qui seul subit la transformation, x la concentration en poids du bore naturel de l'alliage, M la masse atomique du bore, nous aurons le nombre initial N_o d'atomes ${}^{10}_{5}B$ contenus dans un gramme d'alliage

$$N_o = \frac{k \cdot x \cdot 6.10^{23}}{M}$$

Exprimant alors la section de capture σ en barns (1 barn = 10^{-24} cm^2), nous obtenons le nombre d'atomes d'hélium créés par gramme d'alliage :

$$N_{He}(t) = \frac{0,6 \,.k\,.\,x}{M} \,.\, \sigma \,.\, \phi \,.\, t$$

Volume V de la zone contenant les bulles d'hélium

Il se déduit de la surface occupée par les joints de grains dans un gramme d'alliage et de l'épaisseur e de cette zone :

$$V = \frac{6e}{\rho L}$$

(L étant la taille moyenne du grain et ρ la densité de l'alliage).

La concentration moyenne en hélium est alors :

$$C_o = \frac{N_{He}(t)}{V}$$

et l'application numérique avec les valeurs :

$k = 18,83\ \%$	$M = 10,2$
$x = 18,1$ ppm	$L = 60\ \mu$
$\sigma = 4020$ barns	$e = 2500\ \mathring{A}$
$\phi t = 9.10^{20}$ nvt/cm^2	$\rho = 8,17$ g/cm^3

donne ici :

$$C_o = 2,23 \,.\, 10^{19} \text{ AtHe/cm}^3$$

Soit une concentration atomique moyenne :

$$C_{o_{at}} = (2,5 \pm 0,5) \,.\, 10^{-4} \text{ atHe/at}$$

Les variations de C(x), calculées avec cette valeur de C_o sont reproduites à la figure 3.6.

3.2.2.3 - Mesure de la concentration C(x) en hélium

Nous avons compté les bulles visibles dans un volume connu de lame mince et nous avons évalué le nombre d'atomes d'hélium contenu dans chacune d'elles en faisant l'hypothèse qu'elles étaient en équilibre thermodynamique après un recuit de 100 H à 700°C, c'est-à-dire que, la pression p de l'hélium dans chaque bulle équilibrait les forces de tension superficielle :

$$p = \frac{2\gamma}{r}$$

(où γ est la tension superficielle et r le rayon de la bulle).

Nous appliquons alors à ce volume de gaz la loi de Van der Waals :

$$p(v - nv_o) = nkT \qquad (v_o = 4.10^{-23}\ cm^3/at \ - \ \text{BARNES 1964})$$

et en déduisons le nombre n d'atomes d'hélium contenus dans une bulle de rayon r :

$$n = \frac{8\Pi\gamma}{3kT}\left(\frac{r^2}{1 + \frac{2v_o\gamma}{rkT}}\right)$$

Ce calcul, effectué pour toutes les bulles situées à une distance x du joint de grain, donne C(x) si l'on connait l'épaisseur de la lame mince (fig. 3.6).

Les résultats obtenus sont assez voisins des valeurs calculées, cependant cela ne peut être considéré comme une preuve des hypothèses du paragraphe 3.2.1.2.

Les incertitudes dans la détermination du rayon des bulles et dans celle de l'épaisseur de la lame mince sont telles, en définitive, que l'on ne peut espérer de cette mesure autre chose qu'une évaluation d'un ordre de grandeur.

3.3 - L'hélium dans le réseau après un recuit post-irradiation

3.3.1 - Les différents aspects de la précipitation de l'hélium

Un examen plus attentif de la zone voisine du joint de grain montre que les bulles d'hélium sont pour la plupart situées sur le joint et les dislocations, ou attachées aux précipités γ' (fig. 3.3) ; dans certaines conditions, toutefois, il est possible d'observer une précipitation homogène (fig. 3.8);

La différence de taille entre ces catégories de bulles est frappante : leur diamètre moyen varie de 40 Å pour les bulles précipitées dans la matrice à 250 Å pour les bulles intergranulaires (tableau 3.1).

Ces bulles se distinguent aussi par leur forme : sphériques dans la matrice et sur les dislocations, elles prennent au joint de grain l'aspect caractéristique de lentilles, dû à la différence entre l'énergie de surface γ_s et l'énergie de joint γ_j (fig. 3.9).

Site de précipitation	Matrice	Précipité γ'	dislocations	Noeuds de dislocations	Joint de grain
Diamètre moyen en Å	40	55	70 à 100	250	200 à 300

Tableau 3.1

Diamètre moyen des bulles sur les différents sites de précipitation

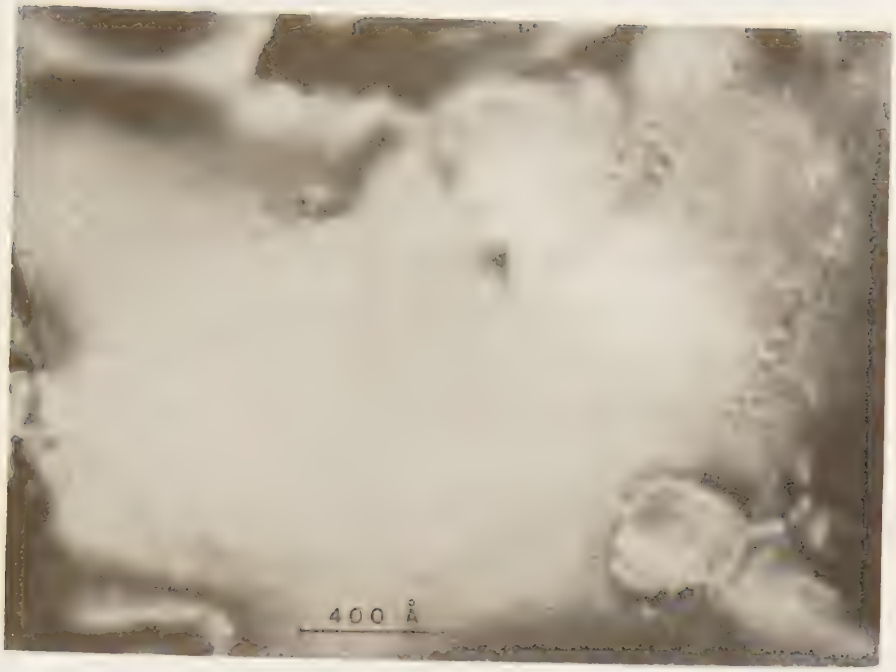


Fig. 3.8 Précipitation homogène.

Fig. 3.9 Bulle lenticulaire au joint de grain.

3.3.2 - Bulles associées aux défauts cristallins

Cette précipitation préférentielle des bulles d'hélium sur les joints de grains et sur les dislocations est le résultat de la conjugaison de plusieurs facteurs agissant à la fois sur le stade de germination des bulles et sur leur stade de croissance.

3.3.2.1 - Germination

Les atomes de gaz rare ont en général une forte énergie d'interaction avec les joints de grains et les dislocations. (V. LEVY 1964-1966). Cette attraction, qui entraîne une augmentation de la concentration en hélium au voisinage de ces défauts, accroît la probabilité de rencontre des atomes d'hélium et favorise ainsi la formation de germes de bulles.

La croissance de ces germes, jusqu'à leur taille critique, nécessitera alors l'afflux d'atomes d'hélium et de lacunes, opération d'autant plus aisée que joints de grains et dislocations sont des sources efficaces de lacunes et que la diffusion le long de ces défauts des atomes de gaz rare et des lacunes est très rapide.

3.3.2.2 - Croissance

La croissance d'une bulle, au-delà de la taille critique du germe, jusqu'à un nouvel état d'équilibre exige l'apport simultané d'atomes de gaz rare et de lacunes. Ce phénomène sera donc contrôlé par les possibilités de diffusion de l'hélium et des lacunes. On devine ainsi le rôle essentiel que vont jouer, comme pour le stade de germination, les défauts cristallins.

Cet effet a été particulièrement important puisque nous voyons des bulles dans la matrice de 40 Å de diamètre coexister avec des bulles de 200 à 300 Å de diamètre, associées aux défauts cristallins.

Le gain d'énergie ainsi réalisé en diminuant la longueur des dislocations ou la surface du joint donnera à ces bulles une stabilité particulière.

3.3.3 - Bulles d'hélium dans la matrice

Là où la densité de dislocations devient faible, nous voyons apparaître une fine précipitation de bulles dans la matrice (fig. 3.8). Leur faible diamètre (40 Å environ) et leur distance moyenne (très inférieure à l'écartement entre dislocations observé dans les zones voisines) d'une part, leur contraste très caractéristique en lunule d'autre part, permettent d'affirmer que nous sommes ici en présence d'une précipitation homogène dans la matrice et non de bulles situées sur des dislocations invisibles avec la réflexion utilisée.

3.3.4 - Bulles d'hélium attachées aux précipités γ'

3.3.4.1 - Aspect physique

Après un recuit de 100 H à 700°C, nous voyons des bulles d'hélium d'environ 50 Å de diamètre se fixer, à raison d'une dizaine de bulles par précipité, le long de l'interface précipité-matrice. Elles sont vraisemblablement en forme de lentilles, trop petites cependant pour que nous puissions apprécier la valeur de leur angle de raccordement avec cette interface ; nous tiendrons pour acceptable une valeur comprise entre 60° et 90°.

L'apparition de ce phénomène, favorable du point de vue bilan d'énergie, est caractéristique des métaux irradiés, contenant des particules d'une seconde phase (NELSON 1966, BARNES, MAZEY 1963).

La détermination de l'énergie de liaison E_1 entre une bulle d'hélium et un précipité γ' va nous permettre d'évaluer son importance.

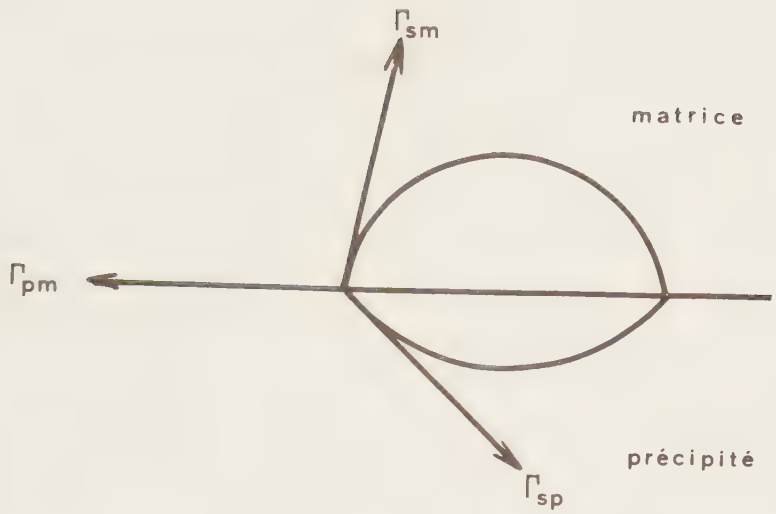


Fig. 3.10 Bulle attachée à un précipité. Energies de surface mises en jeu.

Fig. 3.11 Bulles d'hélium attachées aux précipités γ'.

3.3.4.2 - Aspect énergétique

Le calcul de E_1 a été effectué dans le cas particulier où seules étaient mises en jeu les énergies de surface et l'énergie libre du gaz (NELSON 1966) : on montre que l'énergie d'interface gagnée lors de la précipitation de la bulle compense l'énergie nécessaire à la création de deux surfaces libres (fig. 3.10).

L'énergie de liaison de la bulle avec le précipité dépend alors seulement du travail ΔE_g fourni par le gaz :

$$E_1 = \Delta E_g = NkT \text{ Log } \frac{V}{V_o}$$

V_o et V sont les volumes occupés par la bulle avant et après attachement au précipité.

L'existence d'un champ de contraintes autour des précipités γ' introduit ici un terme supplémentaire ΔE_ϵ correspondant à l'énergie de déformation relâchée par la bulle.

Nous avons effectué ce calcul en faisant l'hypothèse qu'une bulle d'hélium en se fixant sur un précipité γ' ne modifie pas le champ de contraintes du précipité : il disparait ainsi un certain volume du champ de contraintes, volume qui contenait l'énergie de déformation ΔE_ϵ.

Nous avons pu constater que cette énergie était du même ordre de grandeur que ΔE_g ; l'énergie de liaison E_1 est alors très élevée (environ 30 eV pour une bulle de 30 Å de diamètre) et une bulle attachée à un précipité γ' pourra difficilement migrer et coalescer avec d'autres bulles.

3.4 - Mesure de l'énergie de surface γ_s

La compréhension des phénomènes de rupture après irradiation, que nous proposons d'aborder au chapitre suivant, exige la connaissance de la valeur de l'énergie de surface γ_s (cf. § 1.2).

L'observation du contraste produit en microscopie électronique par des bulles de gaz trempées fournit une méthode de mesure de cette énergie (BROWN - MAZEY 1964).

3.4.1 - Méthode de mesure

Si l'on admet généralement la relation $p = \frac{2\gamma_s}{r}$ entre la pression p du gaz dans la bulle et l'énergie de surface γ_s dans une bulle en équilibre thermodynamique, il en va tout autrement lorsque cet équilibre est détruit, par exemple par une trempe qui empêche toute possibilité de diffusion pour compenser la diminution de pression du gaz. Il s'établit donc, après trempe à partir de la température de recuit, un champ de contraintes autour des bulles.

Si l'on suppose que les déplacements u(r) à la distance r d'une bulle de rayon r_o sont radiaux et donnés par la relation :

$$u(r) = \frac{\epsilon r_o^3}{r^2}$$

on montre alors que l'on a :

$$= \frac{-2\gamma_s + r_o P}{2\gamma_s + 4\mu r_o}$$

(BROWN - MAZEY 1964)/

Le coefficient ϵ peut être mesuré par microscopie électronique (§ 2.4.2 et ASHBY - BROWN 1963) et la pression p se calcule en faisant l'hypothèse qu'au cours du refroidissement le gaz a obéi à la loi des gaz parfaits ; il est ainsi possible d'en déduire la valeur de l'énergie de surface γ_s.

3.4.2 - Résultats

Dans ce but, nous avons refroidis par trempe à l'eau des échantillons, ayant subi le traitement thermique A, irradiés, puis recuits 24 heures à 800°C. L'observation par microscopie électronique des bulles d'hélium précipitées à l'écart de tout site privilégié, a montré la présence d'une ligne de contraste nul, perpendiculaire au vecteur diffraction $\vec{g}$ (fig. 3.8).

Nous avons mesuré pour ϵ la valeur :

$$\epsilon = (2,9 \pm 0,7) \cdot 10^{-3}$$

ce qui a donné pour γ_s :

$$\boxed{\gamma_s = 4400 \pm 1500 \text{ ergs/cm}^2}$$

Nous avons déduit de cette valeur, celle de l'énergie de joint γ_J en mesurant l'angle de raccordement α de bulles lenticulaires sur un joint de grain libre de précipités de carbures (fig. 3.9).

Nous avons trouvé : $\alpha = 68°$, alors :

$$\boxed{\gamma_J = 3000 \pm 1000 \text{ ergs/cm}^2}$$

Ces mesures sont entachées d'erreurs assez importantes, inhérentes à la méthode de mesure de ϵ et aussi aux hypothèses faites sur l'équilibre de la bulle après trempe. L'ordre de grandeur des résultats en est cependant très acceptable si nous nous référons aux valeurs des énergies correspondantes pour les aciers inoxydables dont la constitution est voisine.

REFERENCES CHAPITRE 3

M.F. ASHBY, L.M. BROWN
Phil. Mag. 1963 - 8 - 1083

R.S. BARNES
J. Nuclear Mat. 1964 - 11 - 135

R.S. BARNES, D.J. MAZEY
Proc. Roy. Soc. A - 1963 - 47 - 275

L.M. BROWN, D.J. MAZEY
Phil. Mag. 1964 - 10 - 1081

A. FELL
Mem. Sc. Rev. Met. LVIII n° 8 1961 - p. 597

I.J. HASTINGS, B. RUSSELL
J. Nuclear Mat. 1967 - 1 - 23

V. LEVY, J. ANTOLIN, J. ESPINASSE, Y. ADDA
Rapport CEA - R 2529 1964

V. LEVY, B. PERRAILLON, J. ESPINASSE, S. SEJOURNE
10ième Colloque de Métallurgie - Saclay 1966

R.S. NELSON
J. Nuclear Mat. 1966 - 19 - 149

C.F. WILLIAMSON, J.B. BOUJOT, J. PICARD
Rapport CEA R 3042 1966

D.A. WOODFORD, J.P. SMITH, J. MOTEFF
J. Nuclear Mat. 1969 - 24 - 118

CHAPITRE 4

RESULTATS DES EXPERIENCES DE TRACTION

4.1 - Introduction

Nous montrons dans ce chapitre comment se manifeste, lors de la déformation par traction, la présence de l'hélium révélée par la microscopie électronique.

Si d'un point de vue qualitatif, nous pouvons prévoir les phénomènes - nous nous attendons à observer une certaine fragilisation - il nous est par contre plus difficile d'évaluer leur importance.

Nous suivrons donc tout d'abord l'évolution, en fonction de la température, des propriétés mécaniques de l'alliage Ni Cr 80-20 avant et après irradiation.

Nous poursuivrons nos investigations en nous limitant au domaine des hautes températures et nous essayerons d'utiliser au mieux les propriétés particulières que donne à cet alliage la précipitation γ' pour dégager ensuite certains aspects fondamentaux du phénomène de la fragilisation.

Nous nous contenterons ici de donner des résultats expérimentaux ; leur interprétation fera l'objet du chapitre suivant.

4.2 - Propriétés mécaniques en fonction de la température

4.2.1 - Structure de l'alliage - Conditions d'irradiation

La seule condition imposée aux traitements thermiques est de former une structure stable dans les conditions de déformation, soit pendant un traitement supplémentaire de une heure environ à des températures variant de l'ambiante à 900°C. Ceci nous permet d'utiliser ici le matériau déjà étudié au chapitre précédent, dont la structure, décrite au § 3.1.3, a été formée par le traitement A :

8 H à 1080°C suivies de 100 H à 800°C

L'alliage a ensuite reçu les mêmes doses d'irradiation, soit :

$1,8.10^{20}$ nvt rapides et 9.10^{20} nvt thermiques

4.2.2 - Propriétés mécaniques avant irradiation

4.2.2.1 - Résultats des expériences de traction

Les figures 4.2 et 4.3 montrent les variations en fonction de la température, de l'ambiante à 900°C, des caractéristiques mécaniques usuelles - limite élastique σ_E, charge de rupture σ_R, allongement réparti ou uniforme A_R, allongement total A_T - définies sur la courbe de traction de la figure 4.1.

Nous avons comparé la limite élastique σ_E et la charge de rupture σ_R au module de cisaillement μ dont les valeurs en fonction de la température sont connues (BETTERIDGE 1959). Ceci permet de mieux mettre en évidence les différents processus de déformation.

Nous pouvons ainsi distinguer, en suivant les variations du rapport $\frac{\sigma_E}{\mu}$, deux domaines de part et d'autre d'une température critique de 650°C :

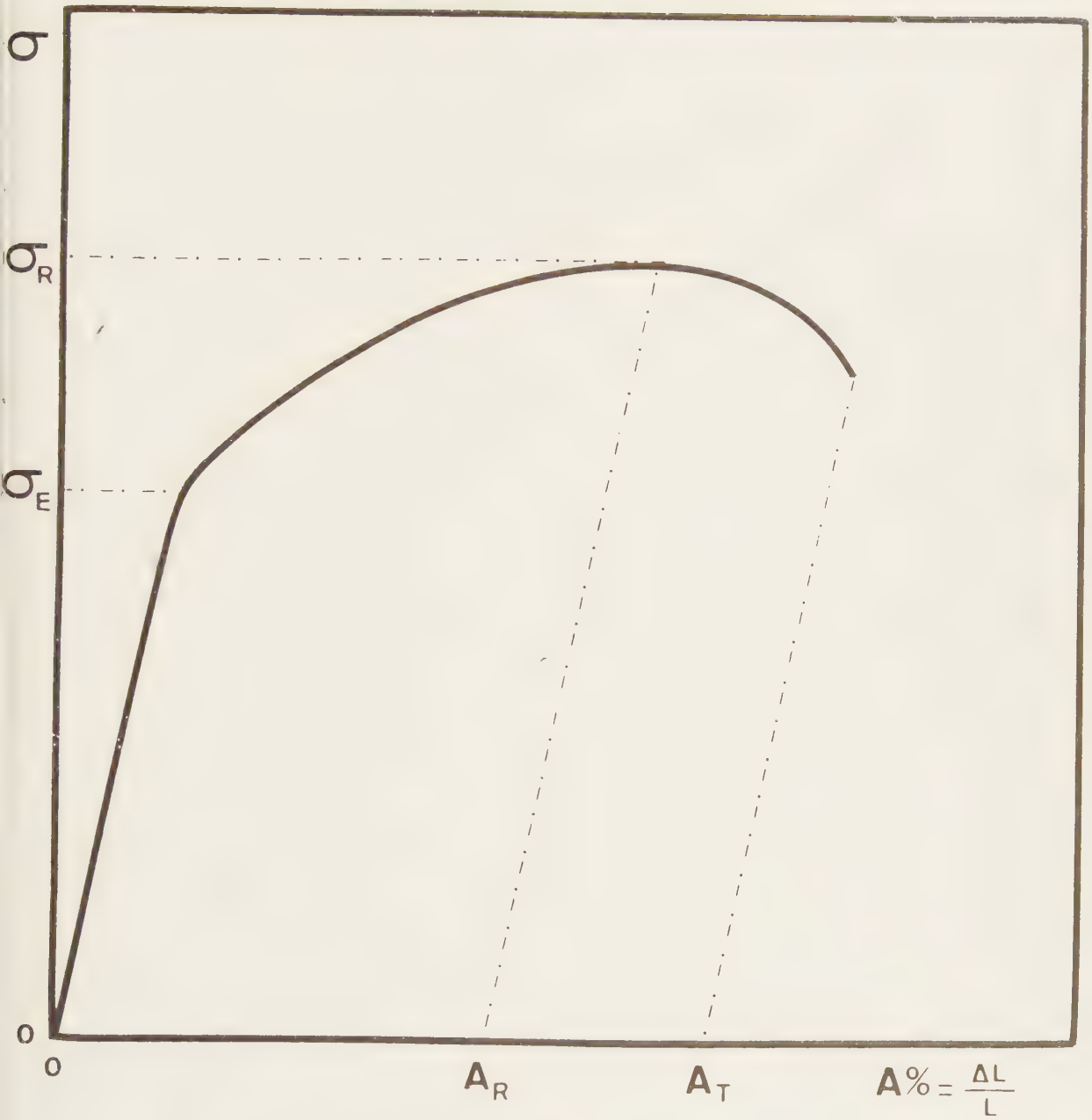


Fig. 4.1 Courbe de traction ; contrainte σ, allongement A définissant les grandeurs σ_e, σ_r, A_r, A_t.

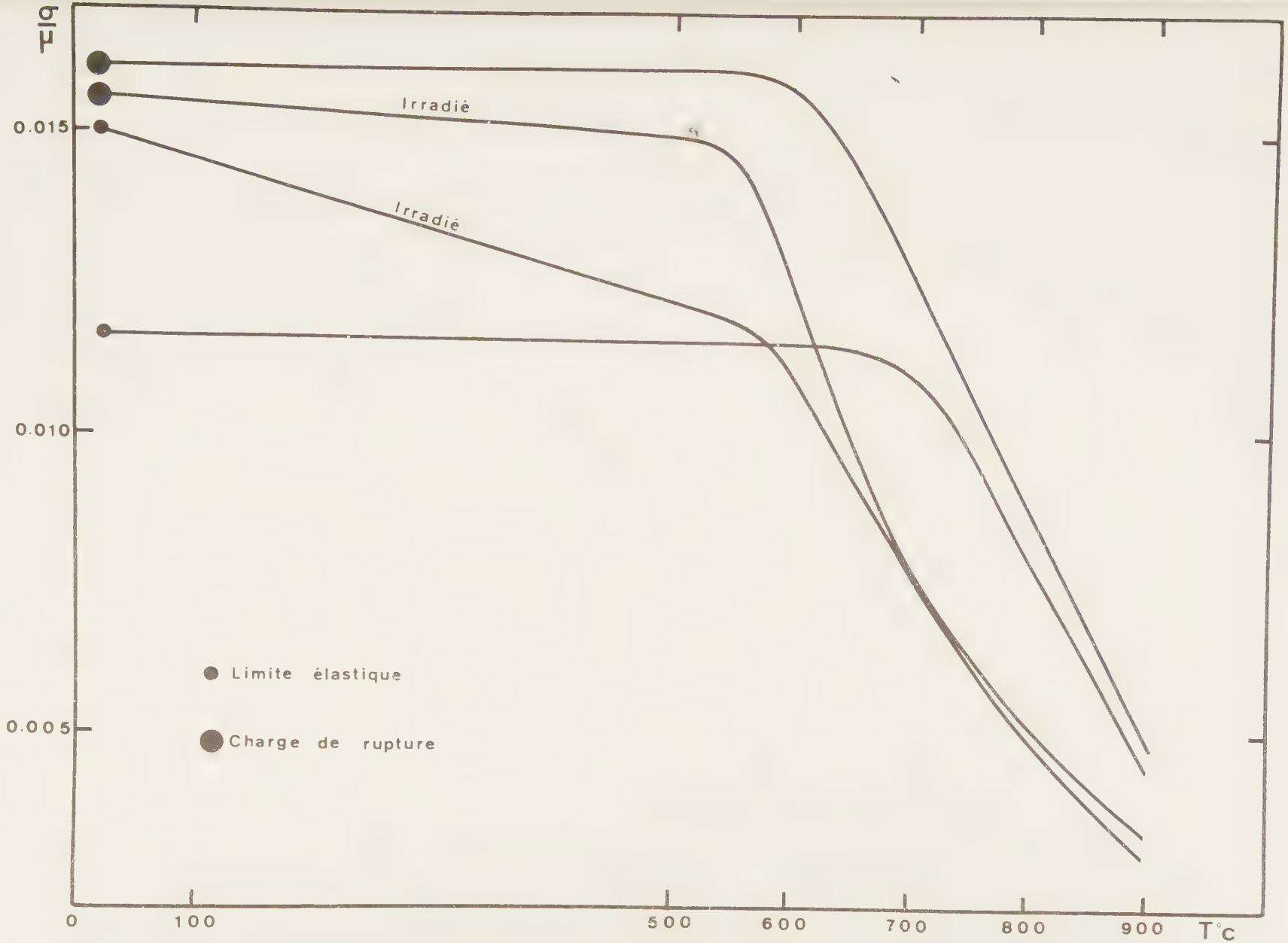


Fig. 4.2 Limite élastique et charge de rupture, en fonction de la température, avant et après

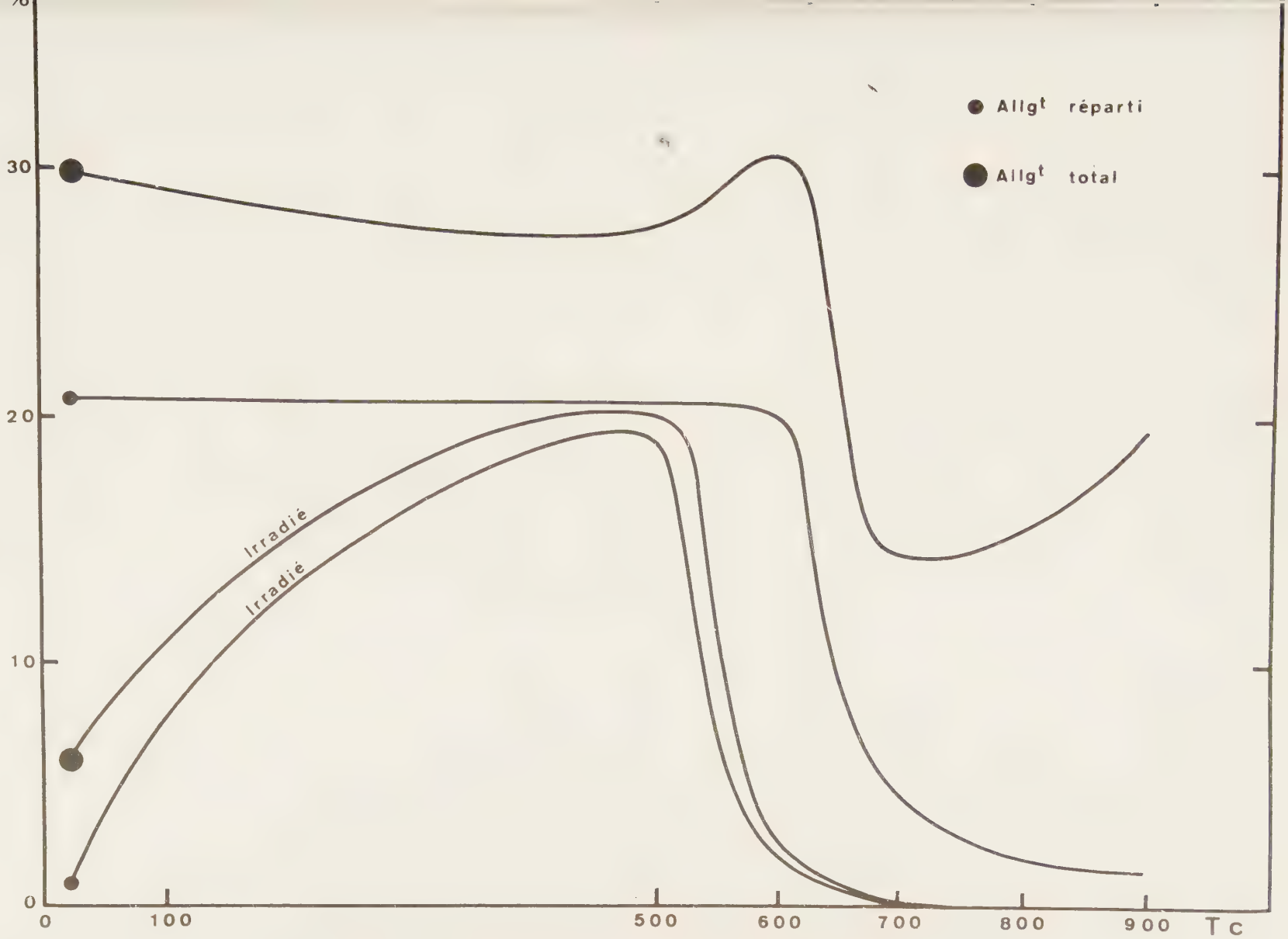


Fig. 4.3 Allongements réparti et total, en fonction de la température, avant et après irradiation — échantillon A —

- entre la température ambiante et 650°C, $\frac{\sigma_E}{\mu}$ est pratiquement indépendant de la température ; les dislocations se courbent au voisinage des particules γ' et laissent autour d'elles des boucles de dislocations (fig. 4.4),
- au-delà de 650°C, nous assistons à une diminution rapide de $\frac{\sigma_E}{\mu}$ indiquant un mode d'interaction différent entre les dislocations et les précipités γ' (fig. 4.5).

La chute de la charge de rupture intervient, elle, à 600°C en même temps que celle de la ductilité ; elle marque la transition entre le domaine de la rupture transgranulaire aux températures moyennes et celui de la rupture intergranulaire à haute température, par propagation de fissures du type Zener.

4.2.2.2 - Glissement intergranulaire

L'apparition de la rupture intergranulaire coincide avec celle d'un glissement intergranulaire s'accentuant avec la température d'essai. Nous avons mesuré ce glissement par la méthode de RACHINGER (RACHINGER 1952-1953) décrite au § 2.3.4 après un allongement uniforme de 20 % à des températures comprises entre l'ambiante et 600°C.

Au-delà de 600°C, l'allongement est beaucoup trop faible pour que l'on puisse effectuer une mesure précise (fig. 4.3).

Nous avons ainsi constaté que le glissement intergranulaire s'accentue nettement vers 500°C et qu'à 600°C on peut déjà lui attribuer environ 50 % de la déformation (fig. 4.6).

4.2.3 - Propriétés mécaniques après irradiation

4.2.3.1 - Résultats des expériences de traction

On enregistre à la température ambiante un durcissement notable et une baisse importante de la ductilité (fig. 4.2 - 4.3). L'adoucissement qui succède, s'accompagne d'une augmentation de la ductilité et l'on retrouve presque à 500°C les propriétés du matériau non irradié.

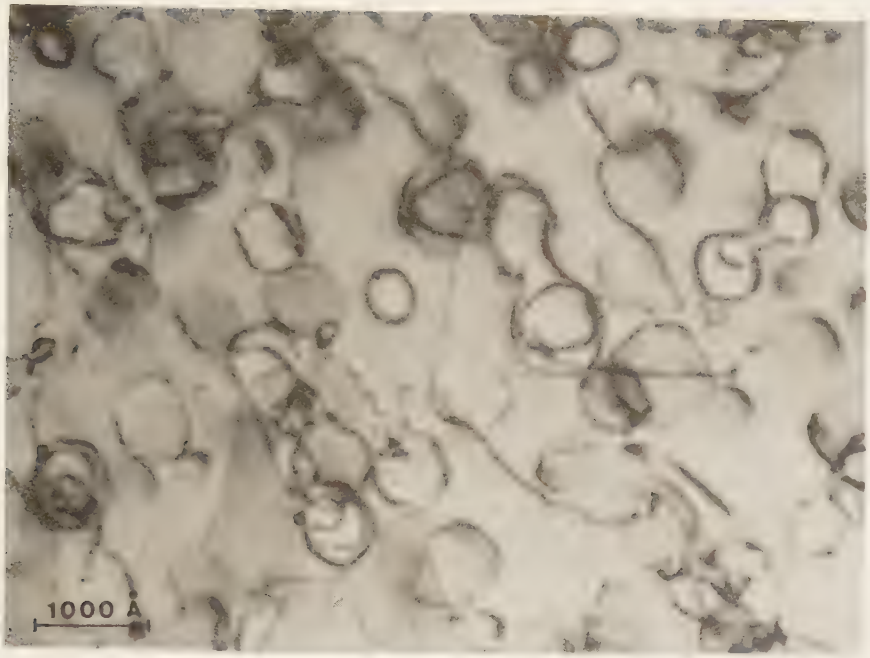


Fig. 4.4 Aspect des dislocations après déformation de 2% à 600° C .

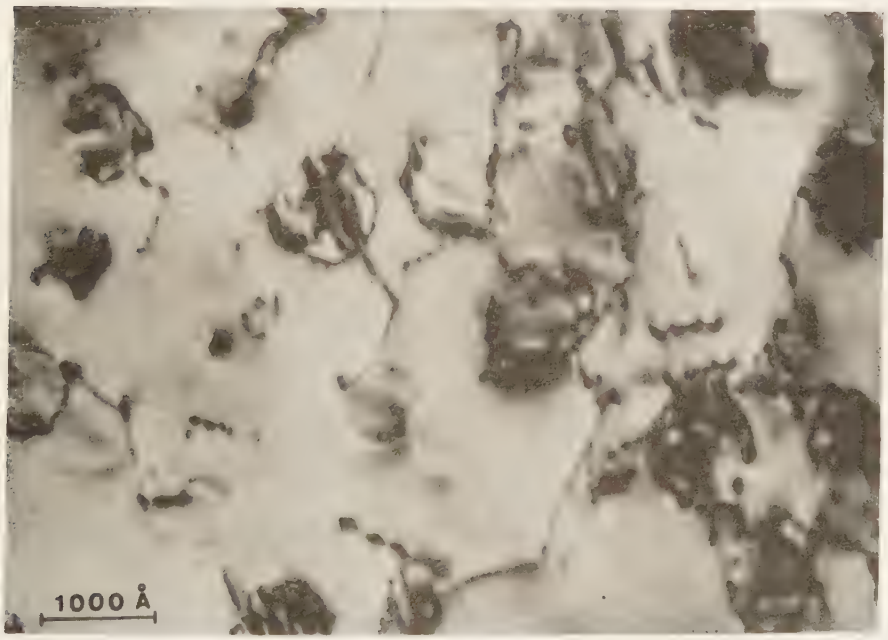


Fig. 4.5 Aspect des dislocations aprés déformation de 2% à 800° C .

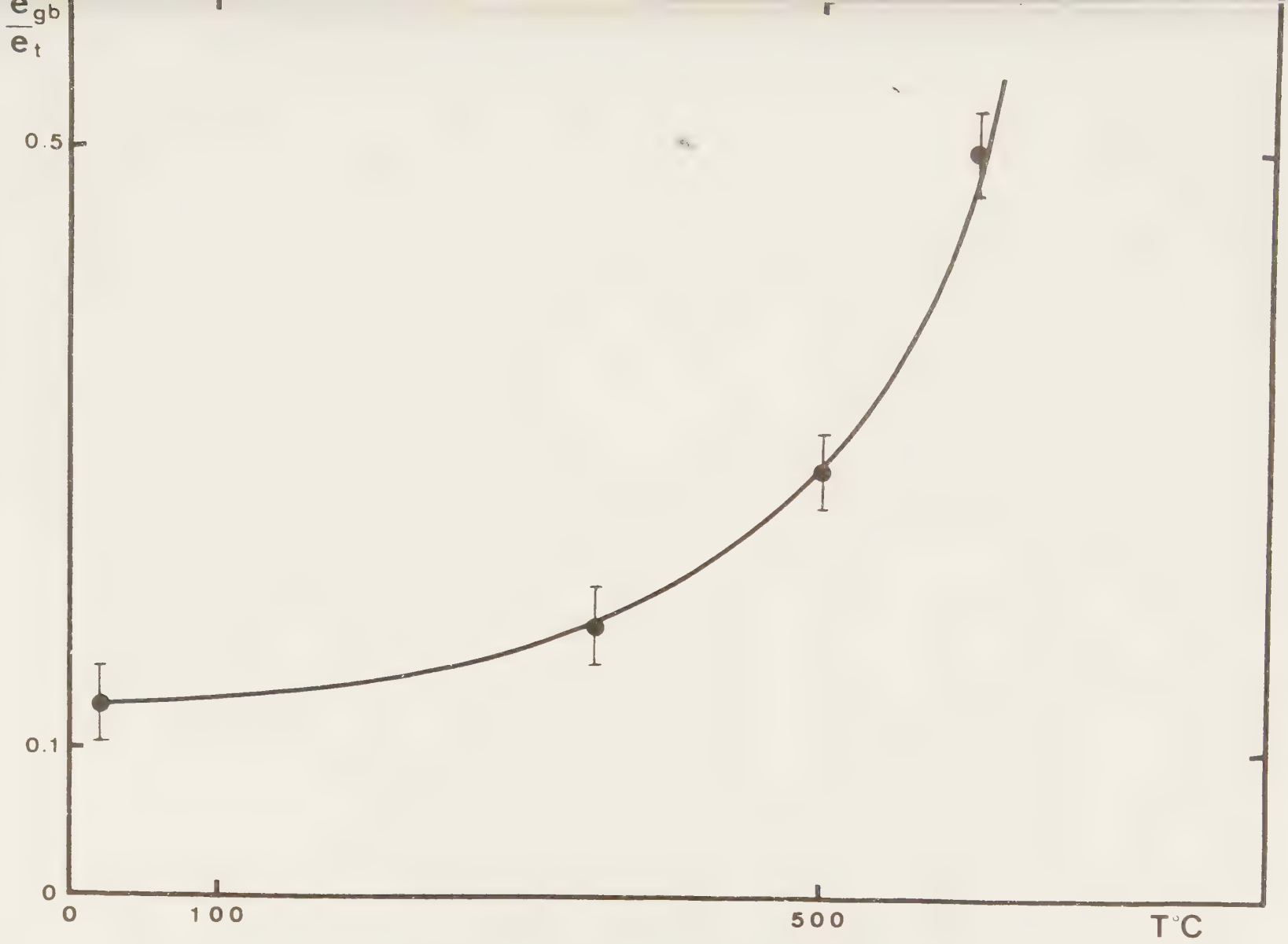


Fig. 4.6 Glissement intergranulaire e_{gb} en fonction de la température.
(cf. formule 2.1.)

La transition entre les ruptures transgranulaire et intergranulaire, normalement observée entre 600°C et 700°C a lieu maintenant entre 500°C et 600°C. L'allongement de striction ($A_S \simeq A_T - A_R$) est très réduit et la rupture se produit sous des contraintes plus faibles.

Dès 700°C, l'éprouvette de traction se rompt sans presque subir de déformation plastique.

4.2.3.2 - La distribution de l'hélium après irradiation

Nous constatons expérimentalement que la répartition de l'hélium se modifie d'une façon considérable dans le domaine des hautes températures.

Ainsi, après un recuit de 1 H à 600°C, soit dans les conditions de déformation à 600°C, rien ne différentie en microscopie électronique les échantillons irradiés et non irradiés (fig. 4.7) ; nous ne trouvons pas trace de bulles bien que cependant des bulles d'un diamètre de 15 Å aient pu échapper à notre observation.

Par contre, après un recuit de 1 H à 700°C, de petites bulles d'hélium de rayon moyen 20 à 30 Å apparaissent au voisinage des joints de grains (fig. 4.8).

4.3 - Influence de la structure et de la dose d'irradiation

4.3.1 - But de l'étude

Cette nouvelle direction de recherche nous est dictée par les résultats de l'étude précédente ; nous venons de voir, que l'irradiation accélère l'apparition de la rupture Zener et que cette fragilisation intergranulaire ne peut certainement pas être expliquée par un mécanisme de croissance de bulles.

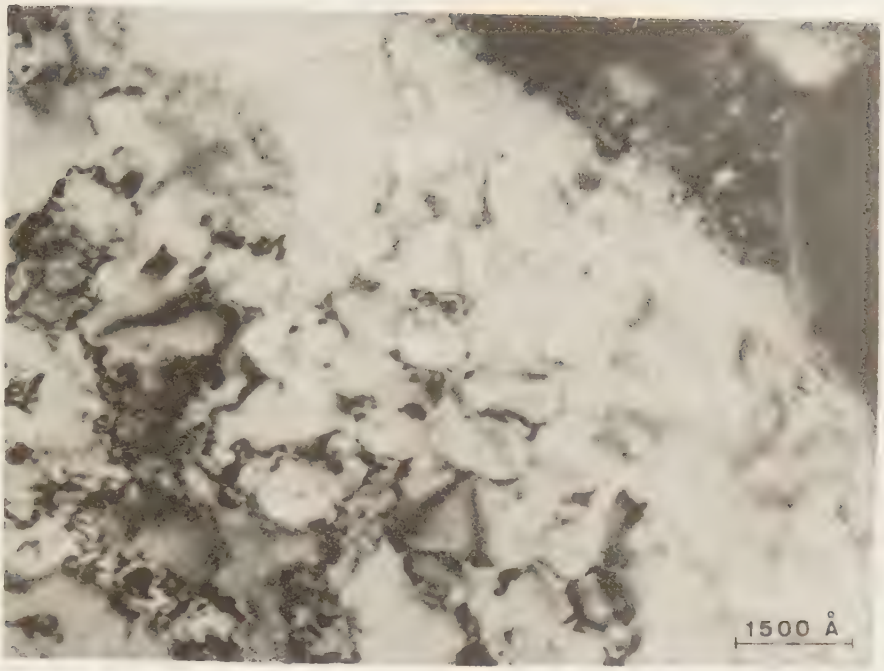


Fig. 4.7 Le voisinage d'un joint de grain après un recuit post-irradiation de 1h à 600°C.

Fig. 4.8 Le voisinage d'un joint de grain après un recuit post-irradiation de 1h à 700°C.

Or, la rupture par propagation de fissures Zener (§ 1.2.3.2) dépend en particulier de l'énergie de surface nécessaire pour ouvrir la fissure et aussi des possibilités de relaxation plastique du matériau. Il peut donc être intéressant d'une part, de modifier les propriétés plastiques de l'alliage en jouant sur la précipitation γ' et d'autre part, de faire varier la dose d'irradiation.

4.3.2 - Traitements thermiques

Nous avons utilisé ici la nuance 2 de l'alliage dont la composition a été donnée précédemment (§ 1.1.1) ; celle-ci est légèrement différente de celle de la nuance 1, cependant la morphologie des phasesprécipitées reste identique.

Nous avons retenu pour cette étude deux traitements thermiques :

Traitement B :

3 H à 1120°C puis 45 H à 1000°C suivies d'une trempe à l'eau enfin 1 H à 800°C.

Traitement C :

3 H à 1120°C puis 45 H à 1000°C suivies d'une trempe à l'eau enfin 2 H à 900°C.

La solution, très commode, utilisées dans l'étude précédente, qui consistait à former au cours d'un même traitement les phases carbures et la phase γ' ne convient plus ici puisque nous désirons obtenir des répartitions variables de la phase γ'. Il nous a donc fallu précipiter séparément chacune des deux phases après le traitement de mise en solution :

- un premier traitement de 3 H à 1120°C a été jugé suffisant pour dissoudre toutes les phases carbures;

- le traitement suivant de précipitation des carbures de chrome a été fixé, après plusieurs essais, à 45 H à 1000°C ; il a l'avantage, malgré sa longue durée, de transformer toute la phase Cr_7C_3 au profit de la phase $Cr_{23}C_6$ (FELL 1961).
- il restait alors à définir des traitements de répartition des particules γ' sans influence sur les structures déjà formées ; nous avons essayé des traitements de courte durée, échelonnés entre 700°C et 950°C et avons fixé notre choix en fonction des résultats d'essais de traction à 600°C.

4.3.3 - Structure de l'alliage

Les traitements de longue durée à haute température ont donné au grain une taille moyenne assez élevée (100 μ environ).

Les phases carbures

Elles sont dans leur totalité du type $Cr_{23}C_6$.

Les joints de grains apparaissent comme la juxtaposition de précipités de carbures de taille variant de 0,05 μ à 0,2 μ (fig. 4.9 - 4.10).

Ces carbures sont assez nombreux dans la matrice et de taille plus respectable (3 à 4 μ).

Les phases γ'

La figure 4.10 montre l'état de précipitation de la phase γ' après le traitement B. Le diamètre des précipités γ' est faible (100 Å) et la distance moyenne entre particules assez petite.

La figure 4.9 montre les précipités de la phase γ' au voisinage d'un joint de grain après le traitement C : on y décèle de grosses particules d'un diamètre voisin de 700 Å, assez largement espacées ; on remarque, d'autre part, l'existence d'une zone dénudée en précipités de part et d'autre du joint.

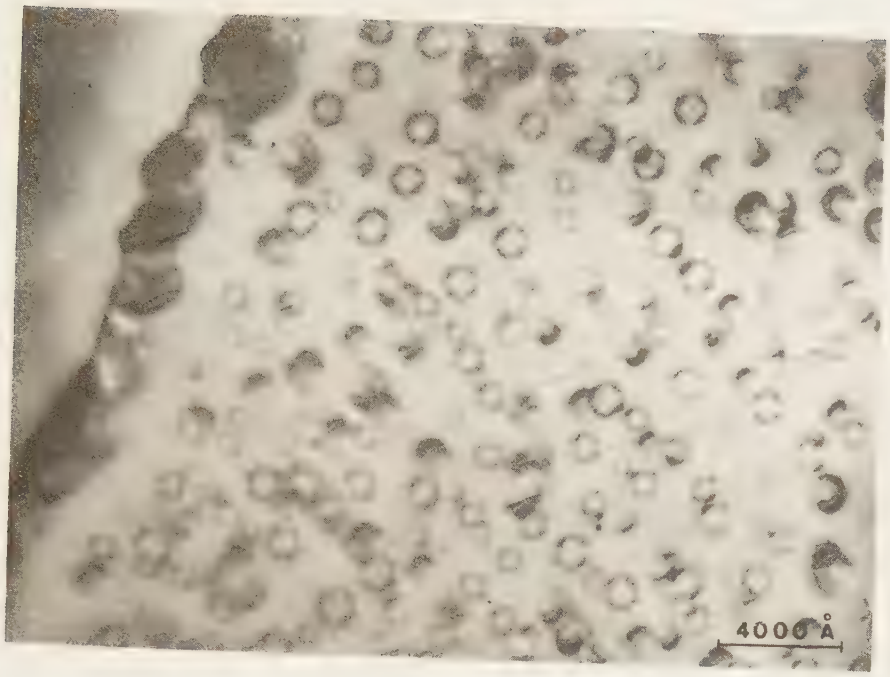


Fig. 4.9 La précipitation γ' après le traitement C

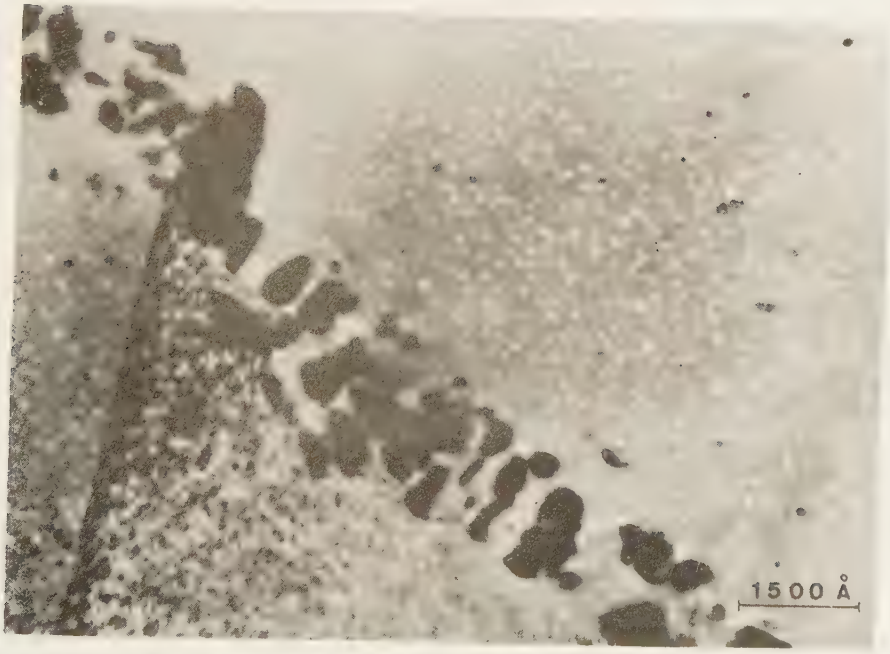


Fig. 4.10 La précipitation γ' après le traitement B

4.3.4 - Conditions de traction et d'irradiation

- Afin de limiter cette étude, nous avons testé à la seule température de 600°C les deux structures précédentes. A 600°C, nous sommes déjà dans le domaine des hautes températures et tout près de la transition entre les deux modes de rupture.
- Les doses d'irradiation, d'autre part, ont varié de :

$$7{,}2 \,.\, 10^{14} \text{ à } 10^{19} \text{ nvt thermiques}$$

4.3.5 - Propriétés mécaniques à 600°C avant irradiation

4.3.5.1 - Caractéristiques mécaniques

La limite élastique d'un alliage à durcissement structural est déterminée par l'état de dispersion des particules précipitées. La différence entre les précipitations produites par les traitements B et C explique celle des propriétés mécaniques qui, à 600°C, sont les suivantes :

Traitement	Limite élastique kg/mm^2	Charge de rupture kg/mm^2	Allongement réparti %	Allongement total %
B	71	114	26	29
C	38	75	34	38

Tableau 4.1

Nous remarquons que les échantillons B, avec leur fine précipitation γ' possèdent une limite élastique presque double de celle des échantillons C, mais qu'ils sont moins ductibles.

4.3.5.2 - Glissement intergranulaire et rupture

Cette différence de comportement est confirmée par les mesures de glissement intergranulaire que nous avons effectuées après rupture dans les zones à allongement réparti des éprouvettes de traction. Utilisant la méthode de RACHINGER (§ 2.3.4) nous avons constaté que :

- 30 % de l'allongement de l'échantillon est dû au glissement intergranulaire,
- tout l'allongement de l'échantillon C semble devoir être attribué à la déformation des grains.

Ces deux échantillons présentent une même rupture transgranulaire, mais l'échantillon B est à 600°C le plus proche de la transition entre les deux types de rupture.

4.3.6 - Propriétés mécaniques à 600°C après irradiation à dose variable

4.3.6.1 - Caractéristiques mécaniques

Nous retrouvons ici, de plus en plus affirmés quand la dose d'irradiation augmente, les principaux aspects de la fragilisation déjà décrits au § 4.2.3 (fig. 4.11 - 4.12).

- une diminution de la limite élastique acquise cependant dès la dose la plus faible.
- une diminution de la charge de rupture, progressive pour l'échantillon B, bien que moins nette pour l'échantillon C.
- enfin une chute très nette de la ductilité, provenant surtout d'une réduction de l'allongement uniforme.

4.3.6.2 - Type de rupture

Cette identité de comportement entre les deux types d'échantillons n'est en fait qu'apparente. Des observations micrographiques de la zone de la fracture révèlent en effet une évolution différente du type de rupture avec la dose d'irradiation :

- la rupture de l'échantillon B, à matrice dure, est devenue intergranulaire après avoir reçu une dose d'irradiation de 10^{15} nvt thermiques et peut-être l'est-elle déjà avant cette dose ? On peut remarquer de nombreuses fissures du type Zener dans toute la zone de fracture (fig. 4.13 - 4.14).

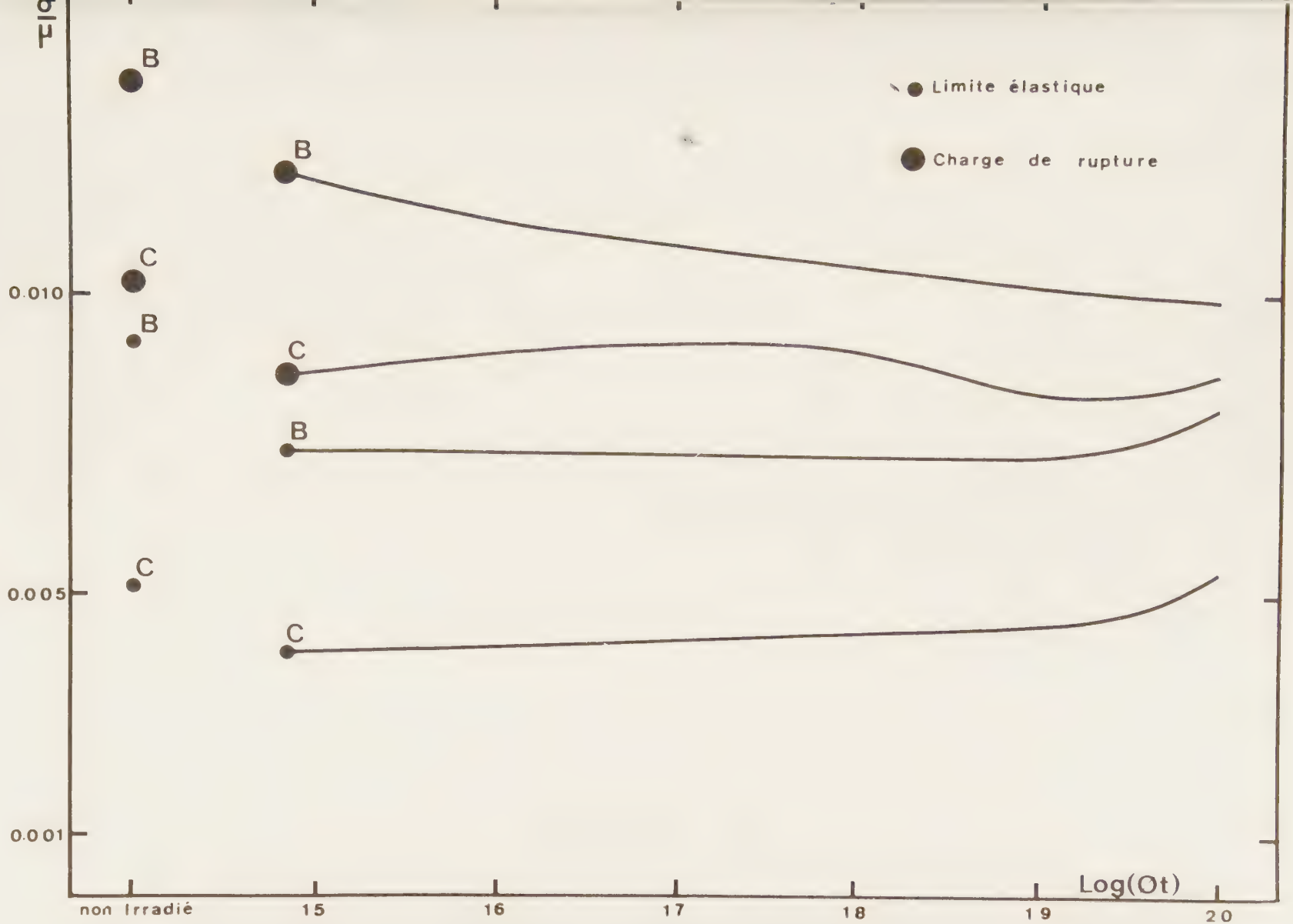


Fig. 4,11 Limite élastique et charge de rupture, à 600° C, des échantillons B et C irradiés.

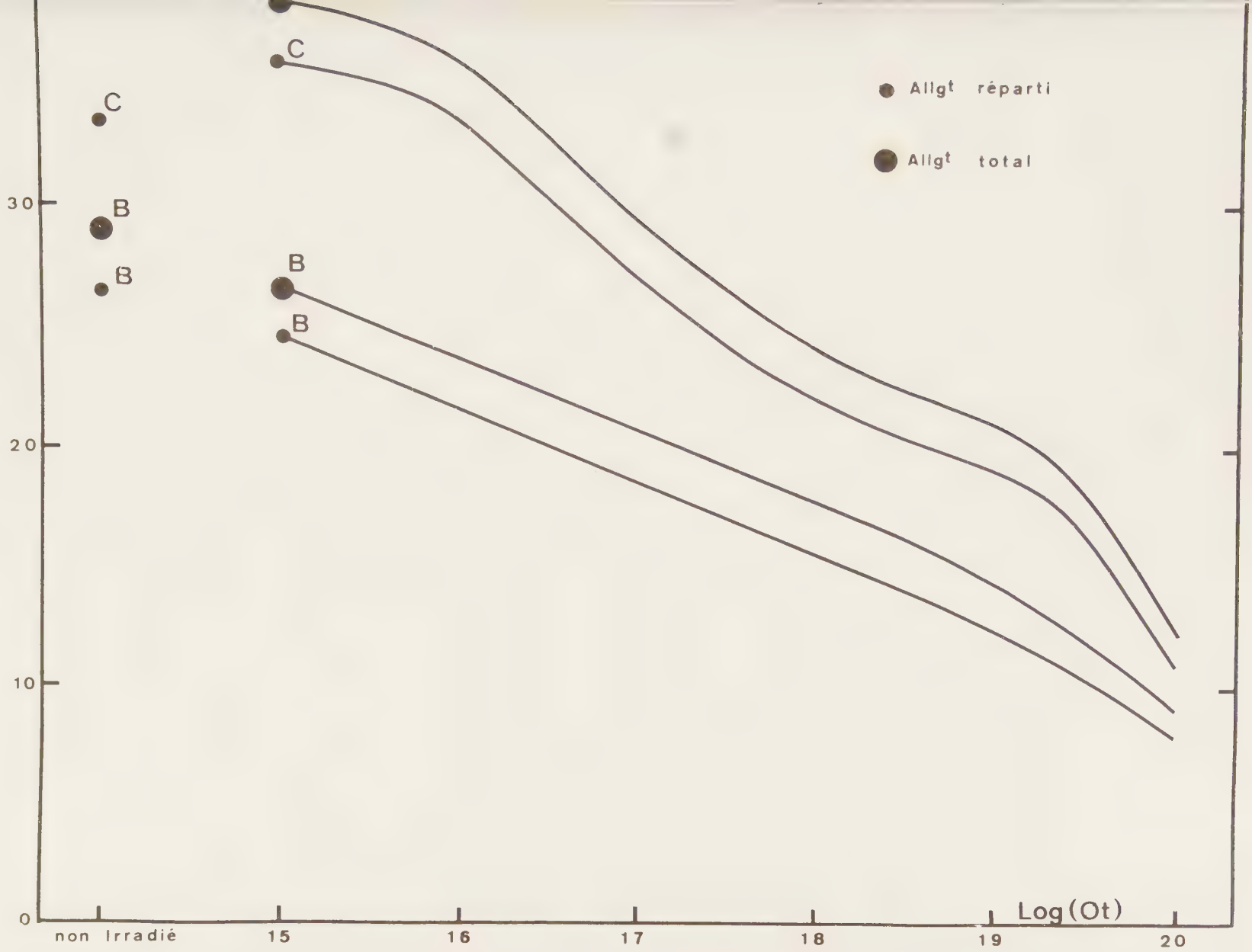


Fig. 4,12 Allongements réparti et total, à 600°C, des échantillons B et C irradiés.

- la rupture de l'échantillon C est restée transgranulaire jusqu'à la dose de 10^{19} nvt thermique, bien que l'on commence à déceler quelques amorces de décohésion intergranulaires (fig. 4.15).
  Elle est ensuite du type intergranulaire (fig. 4.16).

4.3.6.3 - Aspect des fissures Zener

- Une observation plus attentive de la zone de la rupture révèle que l'irradiation a modifié la taille et le nombre des fissures.

Portons sur un diagramme (C, na), la longueur c d'une fissure et sa hauteur na (fig. 4.17).

Nous remarquons que les points obtenus permettent de séparer deux domaines de part et d'autre d'une droite XY ; les points situés sur cette droite représentent des fissures ayant rencontré au cours de leur propagation peu d'obstacles (ces obstacles pouvant être un joint de grain ou des précipités fig. 4.18) ; un glissement intergranulaire minimum a suffit pour leur faire atteindre une taille appréciable.

Ce diagramme, établi pour chacun des échantillons B déformés à 600°C, nous montre que lorsque la dose d'irradiation croît (fig. 4.17) :

. la taille moyenne des fissures augmente (à 10^{20} n/cm^2 toutes les fissures ont atteint la taille du grain)

. leur nombre décroît

. il suffit d'un plus faible glissement intergranulaire pour assurer leur propagation.

- L'observation de la géométrie des fissures, après abrasion de couches successives nous indique, d'autre part, que les fissures sont généralement situées dans des joints de grains inclinés d'environ 45° par rapport à l'axe de traction.

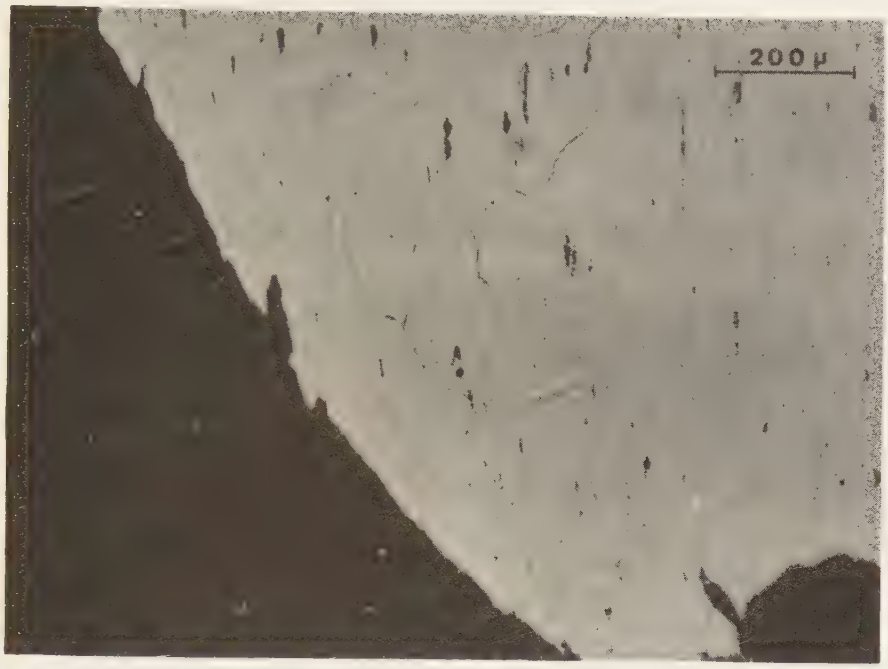


Fig.4.13. - Zone de la fracture de l'échantillon B témoin

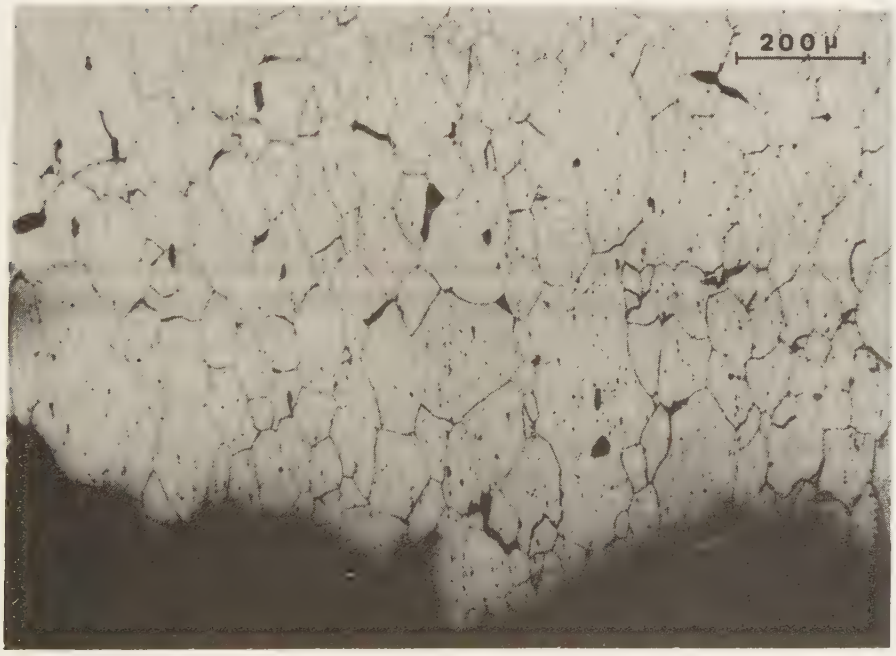


Fig.4.14. - Zone de la fracture de l'échantillon B ($\Phi = 10^{15}$ nvt)

Fig. 4.15. - Zone de la fracture de l'échantillon C ($\Phi = 10^{19}$ nvt)

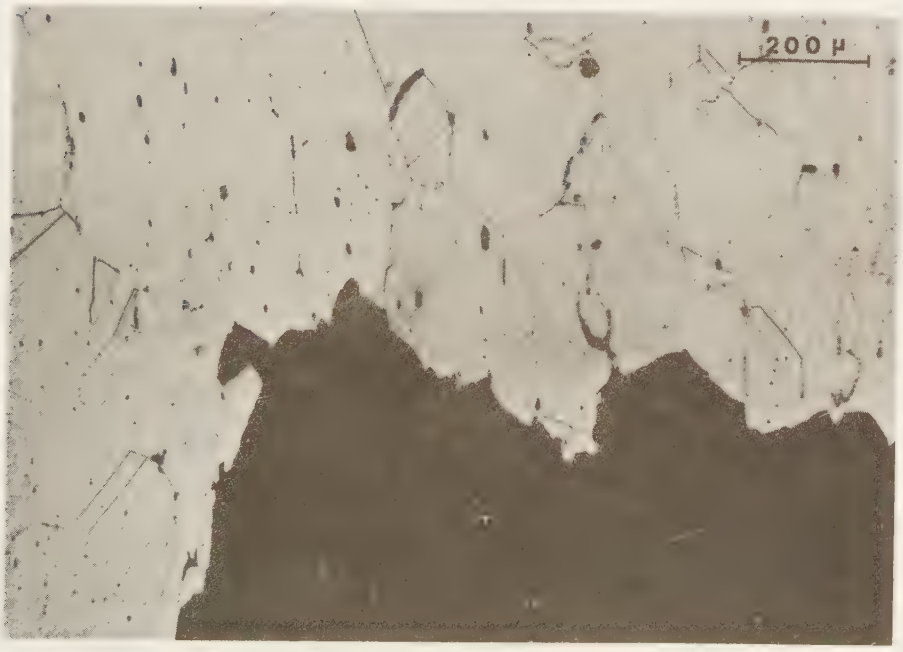


Fig. 4.16. - Zone de la fracture de l'échantillon C ($\Phi = 10^{20}$ nvt)

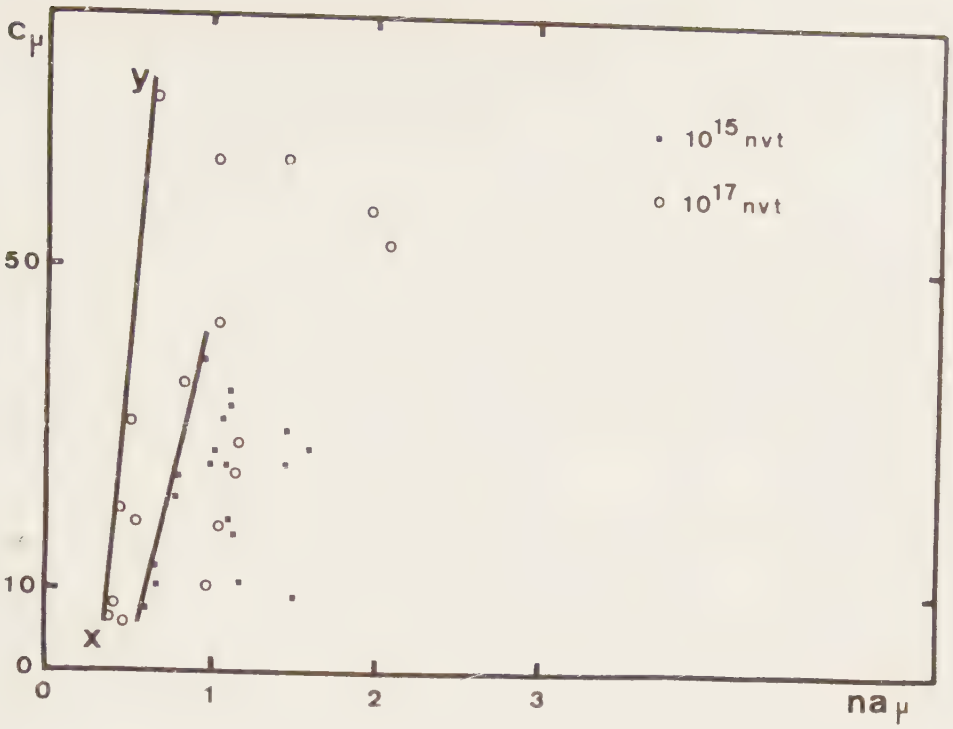


Fig. 4.17 Dimensions des fissures en fonction de la dose d'irradiation.

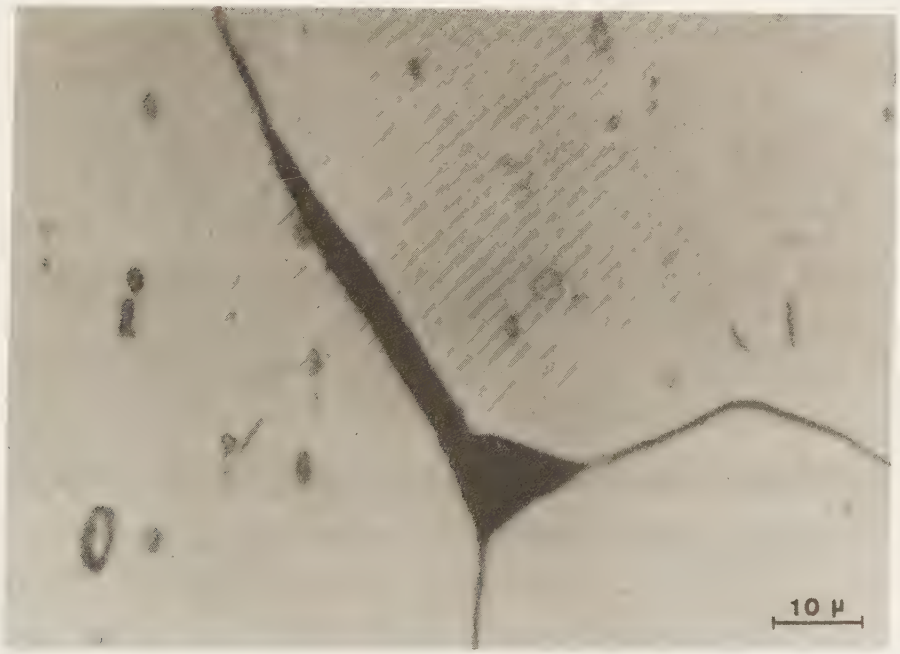


Fig. 4.18 Fissure Zener bloquée par un précipité de carbure de chrome.

REFERENCES CHAPITRE 4

W. BETTERIDGE
Nimonic Alloys - E. Arnold Publisher London 1959

A. FELL
Mem. Sc. Rev. Met. 1961 - LVIII n° 8 - p. 597

W.A. RACHINGER
J. Inst. Metals 1952-1953 - 81 - 33

CHAPITRE 5

DISCUSSION

5.1 - Introduction

Nous nous proposons ici d'interpréter les résultats des expériences décrites au chapitre précédent.

Nous tenterons tout d'abord d'analyser le comportement lors de la déformation de l'alliage non irradié, comportement lié à la présence d'une double précipitation : précipités de carbures de chrome au joint de grains, précipités γ' dans la matrice.

Ayant appris à connaître les différentes modifications de structure induites dans l'alliage par une irradiation aux neutrons (chap. 3), nous pourrons alors aborder la partie essentielle de ce travail qui concerne l'influence de l'irradiation sur les mécanismes de déformation et de rupture à haute température.

5.2 - Les mécanismes de déformation et de rupture avant irradiation

5.2.1 - La limite élastique

Il est hors de notre propos d'envisager ici une étude exhaustive des propriétés d'un cristal contenant des particules d'une seconde phase. Ces problèmes ont tenté beaucoup d'auteurs et nous référerons aux modèles théoriques qu'ils ont proposés(MOTT - NABORRO 1940 - 1948 ; KELLY - NICHOLSON 1963 ; OROWAN 1947 ; HIRSCH 1957 ; ASHBY 1963 ; GLEITER 1967).

Considérons donc un cristal contenant des inclusions sphériques, cohérentes, distribuées uniformément et entourées d'un champ de contrainte à symétrie sphérique.

La présence de ces particules va affecter le mouvement des dislocations qui devront, ou bien cisailler les précipités, ou bien les éviter en se déviant ou en se courbant autour d'eux.

5.2.1.1 - La limite élastique aux températures intermédiaires

De la température ambiante à 650°C, l'observation par microscopie électronique nous révèle l'existence de boucles de dislocations autour des précipités γ' (fig. 4.4). Les dislocations franchissent les précipités en se courbant et en laissant un anneau derrière elles, selon le mécanisme décrit par OROWAN (OROWAN 1947 - fig. 5.1).

Appliqué à l'origine au cas de précipités incohérents, ce modèle prédit une limite élastique de l'ordre de $\frac{2\mu b}{L}$ (où L est la distance entre particules et b le vecteur de Burgers de la dislocation), et par suite un rapport $\frac{\sigma_E}{\mu}$ indépendant de la température, modèle que ne viennent pas contredire les résultats expérimentaux :

En effet, le rapport $\frac{\sigma_E}{\mu}$ garde une valeur constante entre la température ambiante et 650°C et ses variations avec la distance inter-particules L suit bien une loi en $\frac{1}{L^n}$ (§ 4.3.5).

Nous pouvons donc croire en la réalité de ce processus, d'autant plus plausible d'ailleurs que l'activation thermique n'est pas suffisante pour permettre aux dislocations de quitter leur plan de glissement.

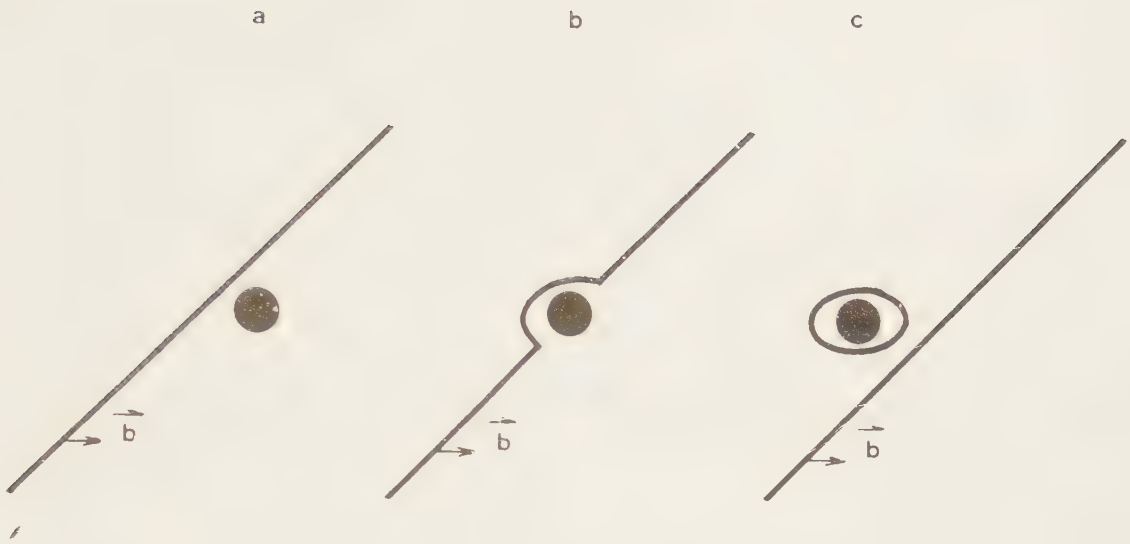


Fig. 5.1 Le mécanisme d'Orowan

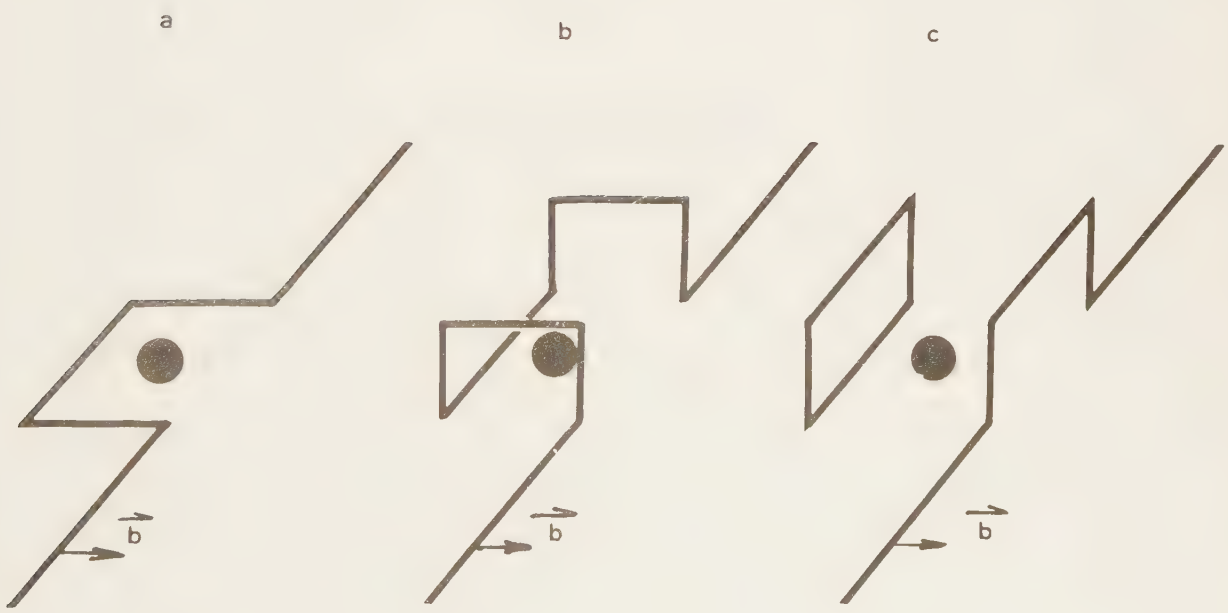


Fig. 5.2 Franchissement d'un précipité par glissement dévié

5.2.1.2 - La limite élastique à haute température

Nous assistons, au-delà de 650°C, à une diminution rapide de la limite élastique. Le déplacement des dislocations est réglé dans ce domaine de température par deux processus différents :

- le glissement dévié favorisé par l'activation thermique.
- l'autodiffusion, qui éventuellement peut produire la montée des dislocations.

Ces conditions nouvelles expliquent le changement du mode de franchissement des précipités vers 650°C et la chute de la limite élastique.

Suivant le mécanisme décrit par HIRSCH (1957-1958), puis par KELLY, NICHOLSON (1963) et ASHBY (1963), une dislocation peut franchir un obstacle situé dans son plan de glissement par déviation de ses parties vis. La figure 5.2 illustre ce processus et montre que, en changeant de plan de glissement, les parties vis laissent derrière elles une boucle prismatique et produisent des crans sur la ligne de dislocation.

5.2.2 - Charge de rupture - Ductilité

Nous avons pu distinguer au chapitre précédent deux domaines de part et d'autre d'une température de 600°C environ, celui de la rupture transgranulaire aux températures moyennes et celui de la rupture intergranulaire à haute température caractérisé par une chute brutale de la ductilité et de la charge de rupture.

Faisant appel aux modèles connus de la germination et de la propagation des fissures (§ 1.2.3), nous tenterons d'expliquer les aspects très différents de la rupture de cet alliage.

5.2.2.1 - La germination des fissures

Nous avons retenu deux mécanismes possibles de germination des fissures dans l'alliage Ni-Cr 80-20 :

- l'un explique la formation de fissures au niveau des carbures de chrome dispersés dans la matrice ; si ces précipités sont fragiles, ou si la cohésion de leur interface avec la matrice est faible, des fissures pourront naître, soit par cisaillement de ces précipités, soit par décohésion le long de leur interface.

Si ce mécanisme est bien celui qui agit dans la réalité, la contrainte de germination d'une fissure ne devrait dépendre que de la forme, du nombre et des dimensions de ces particules et, en particulier, les échantillons B et C, qui ont une même précipitation de carbures, devraient présenter à 600°C des charges de rupture assez voisines (fig. 4.11).

Nous abandonnerons donc ce premier mécanisme, qui aurait pu être retenu pour rendre compte de la rupture transgranulaire aux températures moyennes, au profit d'un autre mécanisme faisant intervenir le glissement intergranulaire et pouvant s'appliquer dans un large domaine de température :

- le glissement intergranulaire produit aux points triples une concentration de contraintes capable d'initier une fissure si (§ 1.2.2)

$$\sigma^2 \geqslant \frac{12\mu\ \Gamma}{\Pi(1-\nu)L} \qquad (5.1)$$

Ces germes de fissures prennent en fait naissance là où existent, dans le métal, des conditions locales bien particulières : précipitation, taille des grains différentes.... Nous en tenant cependant aux données de l'expérience et en prenant :

$$\Gamma = 10^4 \text{ ergs/cm}^2 \quad (\S\ 5.2.2.2) \quad \text{et} \quad L = 50\ \mu$$

nous trouvons :

$\sigma = 30\ kg/mm^2$

valeur inférieure à la contrainte réelle ($\sigma = 85\ kg/mm^2$). Ce rapprochement laisse donc la possibilité d'une telle germination des fissures.

Apparus peu avant la rupture, car leur propagation est très rapide (§ 4.2.2), les germes de fissures exigent pour leur création une certaine quantité de glissement intergranulaire $(na)_{cr}$; les possibilités de formation de germes se déduisent alors de la mesure des variations du glissement intergranulaire avec la température (fig. 4.6).

Cette valeur critique du glissement n'est obtenue entre 20°C et 600°C qu'après un allongement assez important (30 %), atteinte très rapidement au-delà de 600°C elle entraîne la rupture de l'éprouvette après une déformation bien inférieure (10 %).

Cette dépendance assez étroite entre la germination des fissures et l'importance du glissement intergranulaire semble donc accréditer l'hypothèse d'une germination des fissures aux joints de grains, mécanisme par ailleurs vraisemblable étant donné le niveau de contrainte qu'il exige.

5.2.2.2 - La propagation des fissures

Initiées aux joints de grains, les fissures vont progresser sous la double action de la contrainte de traction σ et du glissement intergranulaire na, en suivant le chemin qui exigera pour leur propagation une énergie minimum ; la connaissance de cette énergie et donc des termes qui la composent Γ_s, Γ_o, Γ_p permet de prévoir le type de rupture, transgranulaire ou intergranulaire ; une fissure intergranulaire devient en effet instable lorsque la condition (5.2) est satisfaite (§ 1.2.3.2) :

$$\sigma na \geqslant \Gamma_{eff} \qquad (5.2)$$

Rupture transgranulaire

Cette condition est irréalisable dans un domaine de températures allant de l'ambiante à 600°C environ, car le glissement intergranulaire na y est encore beaucoup trop faible, et l'énergie Γ_{eff} trop importante. Les fissures, bloquées aux joints de grains, vont donc se propager au travers des grains où elles ont à vaincre une énergie de décohésion réduite, les obstacles, constitués par les précipités de carbure de chrome ayant disparu.

Rupture intergranulaire

Au-delà de 600°C, par contre, le glissement intergranulaire s'accélère - on peut lui attribuer environ 50 % de la déformation - et la condition critique (5.2) est alors satisfaite.

Cette interprétation va nous fournir une évaluation de l'ordre de grandeur de l'énergie Γ_{eff} :

L'absence de fissures intergranulaires sur les micrographies de la zone de la fracture nous invite en effet à penser que la rupture est due à la propagation très rapide d'une seule fissure ; la taille critique C^* des fissures est donc assez faible, au plus de l'ordre du micron, limite de nos observations en microscopie optique. L'application de la formule (1.5) avec $C^* = 1\mu$ donne alors pour Γ_{eff} une valeur de l'ordre de 11000 ergs/cm^2 à 700°C, valeur raisonnable puisque $2\Gamma_S - \Gamma_{JG} \simeq 5800$ ergs/cm^2, la différence étant due aux termes $\Gamma_o + \Gamma_p$.

Le glissement intergranulaire critique $(na)_{cr}$ est alors de $2{,}54.10^{-6}$ cm ; il équivaut à l'entrée dans la fissure d'une centaine de dislocations environ.

5.3 - Influence de l'irradiation sur les mécanismes de déformation

5.3.1 - La limite élastique à la température ambiante

L'évolution comparée des caractéristiques mécaniques, avant et après irradiation (fig. 4.2 - 4.3) en fonction de la température, montre un durcissement notable à la température ambiante.

Ce durcissement, accompagné d'une baisse de la ductilité, est observé très couramment à basse température ; il est dû à la présence des nombreux défauts ponctuels créés par l'irradiation dans tout le métal (SEEGER - 1958). Ces défauts sont très mobiles et leur recuit à des températures croissantes les rassemble en amas puis en boucles de dislocations qui, à leur tour, s'annihibent vers 800°C.

5.3.2 - La limite élastique aux températures intermédiaires

Il subsiste donc jusqu'à des températures assez élevées une concentration anormalement haute en défauts ponctuels, défauts qui peuvent être à l'origine de l'abaissement de la température de transition entre les deux modes de franchissement des particules γ' (fig. 4.2). La présence d'une sursaturation en lacunes et en interstitiels est en effet susceptible de faciliter le mouvement des parties vis des dislocations vers leur position d'échappement (fig. 5.2).

5.4 - Influence de l'irradiation sur les mécanismes de rupture

Nos observations ont montré (chap. 3) que l'irradiation modifiait la structure du métal en introduisant au voisinage du joint de grain un certain nombre d'atomes d'hélium.

Il nous reste à comprendre comment leur présence peut affecter d'une telle façon (chap. 4) les mécanismes de rupture de l'alliage.

Faisant, au début,de ce travail, le point de nos connaissances en ce domaine, nous avons retenu plusieurs mécanismes possibles de fragilisation : grossissement de bulles intergranulaires d'hélium, durcissement induit par l'irradiation, modification de l'énergie effective de décohésion Γ_{eff}, précipitation de l'hélium dans les fissures.

Cette fragilité, en fait, est intimement liée à la répartition de l'hélium (§ 4.2.3) et il sera nécessaire avant de reprendre successivement chacun des mécanismes précédents, de connaître les différents stades de précipitation de l'hélium et de pouvoir suivre leur évolution avec la température et la durée des traitements thermiques. Cette étude n'a pas été faite pour l'hélium dans le nickel, cependant, nous possédons certains résultats sur le comportement de l'hélium dans le cuivre, métal assez voisin du nickel - ils ont la même structure cristalline et presque le même rayon atomique - pour qu'il nous soit permis de penser que l'hélium s'y comporte de façon identique.

5.4.1 - Comportement de l'hélium dans le cuivre

Des mesures récentes des variations du paramètre d'un alliage Cu B irradié aux neutrons (RUSSEL-HASTINGS 1965-1967) ont montré que les atomes d'hélium,formés à partir de la réaction de transmutation du ^{10}B, occupent dans le réseau des positions interstitielles. Elles viennent confirmer des calculs antérieurs (RIMMER 1957) qui prévoyaient une solution solide de substitution pour la plupart des gaz rares et envisageaient la possibilité d'une solution interstitielle pour l'hélium dans le cuivre.

HASTINGS et RUSSEL proposent un modèle dans lequel l'atome d'hélium, initialement en position interstitielle capture une ou plusieurs lacunes pour passer ensuite en position de substitution ; la durée de ce premier stade dépend beaucoup du nombre de lacunes d'origine thermique disponibles : ainsi à 500°C, ce stade dure environ 40 minutes, à 625°C il n'est plus que de 10 minutes pour un alliage dont la concentration atomique en hélium est de $2,3.10^{-4}$, concentration obtenue dans notre alliage A.

L'hélium migre ensuite dans le réseau par un mécanisme de diffusion de lacunes dont l'énergie d'activation est d'environ 1 eV ; la migration de l'ensemble : atome d'hélium + lacunes est donc assez facile à haute température et la précipitation en bulles doit être assez rapide à partir de l'instant où l'hélium a pu trouver une position de substitution. Après une heure de recuit, les atomes d'hélium n'ont pas encore eu à 500°C le temps de trouver un site de précipitation, cette précipitation est achevée à 600°C et à 700°C leur rassemblement en bulles commence à s'opérer.

5.4.2 - Comportement de l'hélium dans l'alliage Ni Cr 80-20

Comme dans le cas de l'alliage Cu-B, la répartition de l'hélium se modifie de façon considérable dans l'alliage Ni Cr 80-20 lorsque la température atteint 600°C environ (§ 4.2.3.2) : on ne décèle en effet par microscopie électronique aucune trace d'hélium après un recuit de 1 H à 600°C et par contre après 1 H de recuit à 700°C de petites bulles apparaissent déjà au voisinage du joint de grain (fig. 4.7 et 4.8).

Ces quelques observations et l'analogie entre le cuivre et le nickel nous conduisent à penser que les atomes d'hélium, initialement en position interstitielle, entrent en solution solide de substitution vers 500°C où commence à se manifester la fragilisation, ils migrent ensuite de plus en plus nombreux vers les dislocations et les joints de grains, sources importantes de lacunes, puis commencent à se rassembler en bulles entre 600°C et 700°C, bulles petites et nombreuses tout d'abord, puis plus grosses et plus espacées.

5.4.3 - Modification de l'énergie de surface Γ_s

Ce phénomène, lié à la présence d'impuretés sur les joints de grains est très fréquent : les atomes étrangers diffusent en effet facilement vers les zones perturbées que sont les joints ; ils abaissent en général l'énergie de surface Γ_s et provoquent une rupture prématurée même pour des concentrations infimes.

Cette diminution de l'énergie de surface Γ_s est due ici à 2 causes :

- d'une part, à une concentration en produits de fission He et Li, croissante avec la dose d'irradiation
- d'autre part, à la disparition de l'effet bénéfique du bore, localisé en grande partie au joint de grain (SILVENT - ROBERTS-HARRIES 1966).

Elle entraîne la diminution de la contrainte de germination des fissures (§ 1.2.2) et elle favorise l'apparition de la rupture intergranulaire en abaissant l'énergie effective de décohésion Γ_{eff} ; elle doit donc s'accompagner, quel que soit le type de rupture, d'une chute de la ductilité.

Ce premier mécanisme de fragilisation est à notre avis prédominant lorsque la concentration en produits de fission est insuffisante ou lorsque la température est trop basse pour provoquer la formation de bulles ou tout au moins des rassemblements importants d'atomes étrangers sur les dislocations (cf. § 5.4.4) ; il est donc applicable au cas des échantillons B et C irradiés de 10^{15} à 10^{18} nvt et déformés à 600°C, dont la fragilisation est inexplicable par des mécanismes de croissance de bulles intergranulaires ou de durcissement au voisinage du joint de grain (§ 5.4.4).

5.4.4 - Durcissement au voisinage du joint de grain

Nous intéressant ici à la fragilisation à haute température, nous n'envisagerons que le durcissement dû aux produits de fission ; le durcissement observé à basse température affecte la matrice toute entière et a une origine différente (§ 5.3).

A haute température, les atomes d'hélium, précipités ou non en bulles, viennent entraver le mouvement des dislocations ; ils créent ainsi un durcissement local, dans une zone de 3μ d'épaisseur de part et d'autre du joint de grain, qui se traduira par une diminution de l'énergie effective de décohésion Γ_{eff}.

5.4.4.1 - Ségrégation d'hélium sur les dislocations

En fait, la ségrégation de l'hélium sur les dislocations n'aura d'intérêt que lorsque la saturation sera pratiquement établie ; en deçà, le durcissement serait négligeable, au-delà, l'hélium précipiterait en bulles ; influence donc très fugitive, mais combien efficace, car il faudra alors une contrainte de l'ordre de $\frac{W_M}{2b^3}$ pour libérer une dislocation saturée de vecteur de Burgers b (FRIEDEL 1964), contrainte très élevée (environ $\frac{\mu}{10}$) si nous admettons que l'énergie d'interaction W_M entre dislocation et atome d'hélium est de 0,1 eV (FRIEDEL 1964).

Il nous reste à examiner, si, dans nos expériences, une telle situation a pu être réalisée. Son éventualité dépend de la densité des dislocations au voisinage du joint de grain, de la distance parcourue par les atomes d'hélium dans les conditions du recuit et de la concentration en hélium :

En dessous de 500°C, les atomes d'hélium sont "gelés" dans le réseau ; leur passage en position de substitution s'effectue trop lentement pour que la saturation puisse s'établir et quelle que soit la dose d'irradiation, le durcissement produit est négligeable (fig. 5.3).

Au-dessus de 500°C environ, les atomes d'hélium, enfin mobiles, sont attirés par les dislocations ; ils parcourent pendant le temps t une distance l telle que (FRIEDEL 1964) :

$$l^3 = \frac{3\, D\, W_M\, b\, t}{kT}$$

où : $D = D_o \exp\left(-\frac{W_M}{kT}\right)$ avec $W_M \simeq 1$ eV (RUSSEL - HASTINGS 1965)

l est de l'ordre de 1 μ si nous prenons pour D_o une valeur même très faible ($D_o \sim 10^{-2}$ cgs). l serait donc supérieur à la distance moyenne d entre dislocations (d ~ 0,1 μ dans les échantillons A et ~ 0,5 μ dans les échantillons B et C) et tous les atomes d'hélium atteignent en 1 heure de recuit les dislocations.

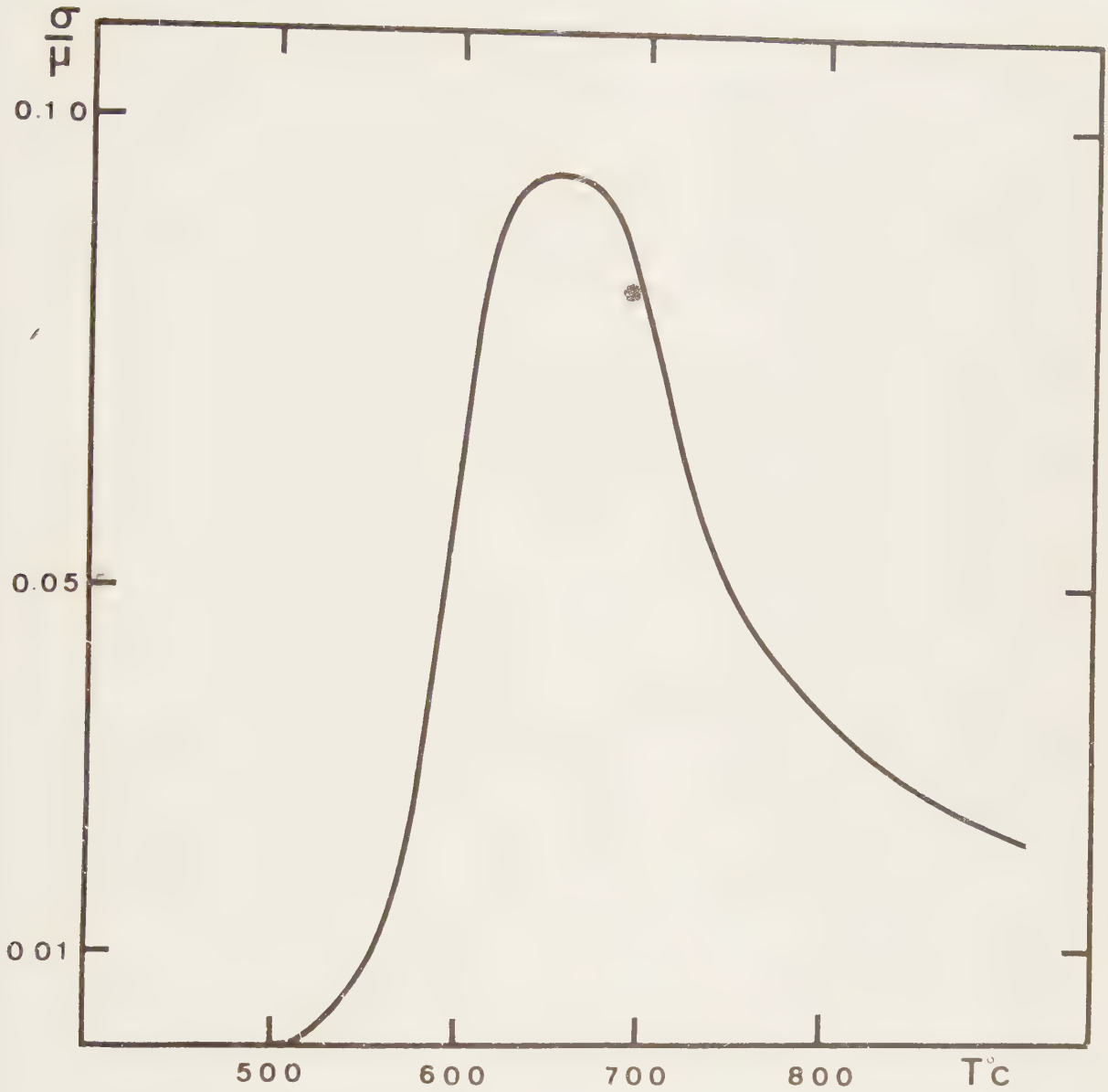


Fig. 5.3 Variation de la contrainte de libération des dislocations en fonction de la température.

Les possibilités de saturation des dislocations ne dépendent plus alors que de la concentration en hélium et si nous la supposons atteinte lorsque les atomes d'hélium sont distants de "3b" le long des dislocations, elle sera réalisée dans les échantillons A (fig. 5.3) et ne sera obtenue dans les échantillons B et C qu'à partir d'une dose d'irradiation de 10^{19} nvt.

Au-delà de 600°C, l'hélium, s'il est présent en quantité suffisante, précipite en bulles et un autre type de durcissement apparaît :

5.4.4.2 - Ancrage des dislocations par les bulles d'hélium

L'énergie d'activation nécessaire pour libérer une dislocation ancrée par des bulles d'hélium de rayon R, espacées d'une distance L est :

$$U = \mu b^2 R \left(1 - \frac{\sigma L}{\mu b}\right)$$

Seule une contrainte σ de l'ordre $\frac{\mu b}{L}$ est alors capable d'abaisser cette énergie à des valeurs raisonnables, contrainte pouvant être très élevée si les bulles sont peu espacées. L'importance du durcissement produit dépend donc beaucoup des conditions du recuit après irradiation et de la concentration en hélium.

Entre 600°C et 650°C, se développent dans les échantillons A des bulles d'un diamètre de 15 Å environ ; espacées sur les dislocations d'une distance de 50 Å, soit 3 fois leur diamètre, elles produisent un durcissement local de 0,05 μ - le calcul montre en effet qu'une telle précipitation est réalisable, compte tenu de la forte densité de dislocations ($\rho \sim 10^{10}$ disloc/cm^2) et de la concentration en hélium.

A 800°C, les bulles ont atteint un diamètre de 40 Å ; plus espacées (L ~ 120 Å), elles n'exigent pas plus d'hélium et durcissent cependant la matrice ($\sigma \sim 0{,}02\ \mu$) (fig. 5.3).

Issue d'un recuit après irradiation effectué dans des conditions identiques, la précipitation en bulles dans les échantillons B et C dépend essentiellement de la concentration en hélium. Bien que la densité de dislocations y soit plus faible ($\rho \sim 10^8$ disloc/cm^2), il faudra attendre une dose d'irradiation de 10^{19} nvt pour voir apparaître les premières bulles et un durcissement notable.

5.4.4.3 - Modification de l'énergie effective de décohésion Γ_{eff}

L'ouverture d'une fissure intergranulaire établit un système de contraintes dont l'interaction avec le champ de contrainte des dislocations impose à celles-ci de nouvelles positions d'équilibre. L'énergie Γ_p ainsi dépensée en "relaxation" plastique peut être assez élevée si rien ne s'oppose au mouvement des dislocations ($\Gamma_p \sim 5000$ ergs/cm^2 à 700°C dans les échantillons A) ; elle sera par contre très réduite après irradiation lorsque les atomes d'hélium limiteront le déplacement des dislocations :

Envisageons une fissure intergranulaire AB le long du joint AB ; (fig 5.4) ; elle induit au voisinage de son extrémité B les contraintes (STROH 1954) :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} \simeq \sigma_{yy} = \dfrac{-\sqrt{2}\, nb\mu}{4\Pi(1-\nu)\sqrt{xc}} \\ \sigma_{xy} = 0 \end{cases}$$

où C et nb sont les dimensions de la fissure (voir § 1.2.3.2).

En l'absence d'hélium, une dislocation coin située en $(x_o, -\frac{c}{2}, 0)$ se déplacera si elle subit une contrainte supérieure à la limite élastique $\sigma_E = 10^{-2}\ \mu$; nous en déduisons l'ordre de grandeur du rayon r_o de la zone de relaxation plastique :

$$\frac{\sqrt{2}\, nb\ \mu}{4\Pi(1-\nu)\sqrt{r_o c}} = 10^{-2}\ \mu$$

d'où puisque :

$$\frac{c}{nb} \simeq 25$$

$$\boxed{r_o \simeq \frac{c}{3}}$$

Après irradiation, et de 550°C à 800°C dans les échantillons A et à 600°C dans les échantillons B et C ayant reçu une dose d'irradiation supérieure à 10^{19} nvt, les dislocations voisines du joint de grain ne se déplaceront que sous l'action d'une contrainte supérieure $\sigma = m.10^{-2}\ \mu$, m variant de 1 à 5 (fig. 5.3) ; le rayon précédent devient :

$$r'_o = \frac{r_o}{m^2}$$

La relaxation plastique n'a lieu que dans un volume beaucoup plus faible puisque divisé par m^6 et l'énergie dépensée Γ_p est négligeable devant les termes $2\Gamma_s - \Gamma_J$ auxquels se réduit l'énergie Γ_{eff}, la taille critique c^* des fissures est alors divisée par un facteur 2. A cela s'ajoute de 550°C à 650°C la diminution de Γ_s due à la ségrégation des atomes d'hélium au joint et au-delà de 650°C l'influence des bulles intergranulaires situées en avant du front de la fissure.

5.4.5 - Précipitation de l'hélium dans les fissures intergranulaires

L'établissement d'une pression d'hélium, de l'ordre de $10^{-2}\ \mu$, dans les fissures résultant de la déformation, diminuerait de façon très sensible la valeur de lataille critique d'instabilité des fissures c* (§ 1.3.2.4).

En fait, seul l'entraînement de dislocations non saturées, pourrait être compatible avec une vitesse de déformation élevée ($4.10^{-4}\ s^{-1}$) (FRIEDEL 1964) ; mais alors la quantité d'hélium drainée vers le joint serait trop faible pour activer efficacement les fissures. Nous écarterons donc ce mécanisme de fragilisation.

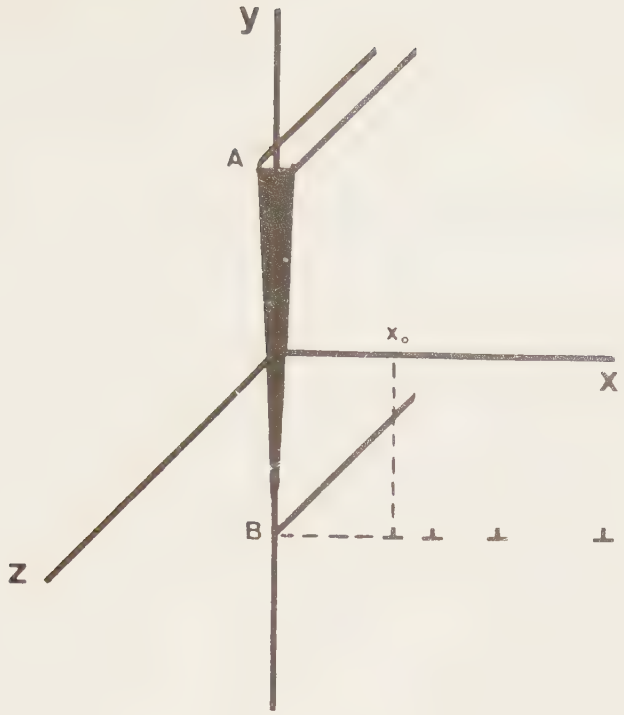


Fig. 5.4 Modèle de fissure utilisé au §.5.4.4.3.

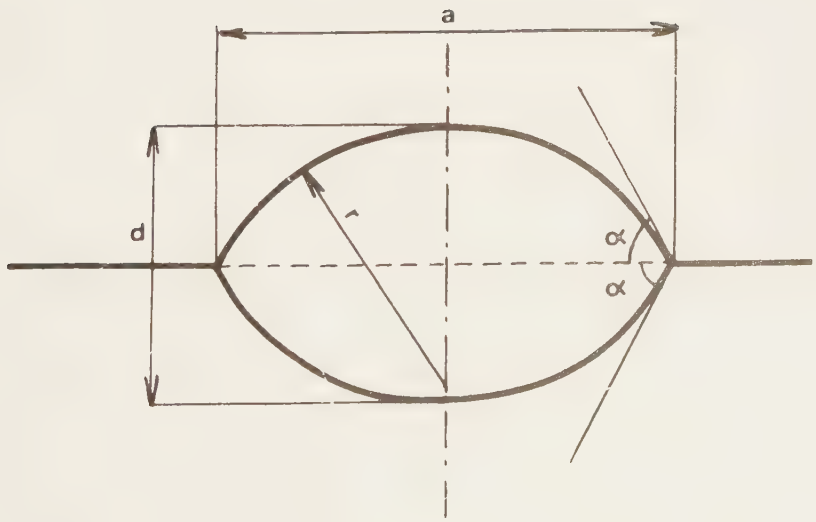


Fig. 5.5 Modèle de bulle intergranulaire utilisé au §.5.4.6.

5.4.6 - Grossissement de bulles d'hélium intergranulaires

Identique à la cavitation, ce mécanisme a été proposé pour expliquer la fracture à haute température après des irradiations de longue durée (BARNES 1965 ; ROWCLIFFE et al. 1966).

En présence d'une contrainte σ normale au joint de grain, une bulle lenticulaire d'hélium croît par apport de lacunes, en maintenant constante sa dimension α_o perpendiculairement au joint, jusqu'à une nouvelle taille d'équilibre définie par (fig. 5.5) :

$$\sigma + p = \frac{4\gamma \sin\alpha}{a}$$

La présence d'une pression p d'hélium, déduite de l'état initial (a_o, d_o, α_o) au moyen de la relation :

$$pv = p_o v_o = nkT \quad \text{où} \quad v = \frac{\pi a^3}{12} \cdot \frac{(1-\cos\alpha)^2\,(2+\cos\alpha)}{\sin^3\alpha}$$

abaisse la contrainte critique de croissance σ_{cr} de la bulle qui devient :

$$\sigma_{cr} = \frac{4\gamma \sin\alpha_o}{a_o}\left(\frac{1-\cos\alpha}{1-\cos\alpha_o}\right)\left(\frac{\cos\alpha - \cos\alpha_o}{2+\cos\alpha}\right)$$

avec :

$$\cos\alpha = \sqrt{6 + 3\cos\alpha_o} - 2$$

Ce mécanisme prévoit une diminution rapide de la charge de rupture lorsque la taille des bulles augmente et l'application numérique avec $\alpha_o = 68°$, $\gamma = 4400$ ergs/cm^2 fournit pour la contrainte critique σ_{cr} des valeurs très vraisemblables (tableau 5.1).

Ce mécanisme nous semble donc applicable au cas des échantillons A, au-dessus de 700°C environ, où il vient remplacer le mécanisme de durcissement devenu inefficace (cf. § 5.4.4).

a_o Å	20	50	100
σ_{cr} kg/mm^2	60	24	12

Tableau 5.1

Contrainte critique de croissance des bulles intergranulaires d'hélium à 700°C

REFERENCES CHAPITRE 5

M.F. ASHBY
Electron Microscopy and Strength of crystals
Interscience Publishers (New York) 1963 - p. 891

R.S. BARNES
Nature 1965 - 206 - 1307

J. FRIEDEL
Dislocations - Pergamon Press 1964

H. GLEITER
Acta Met. - vol. 15 - juillet 1967 - p. 1213 et p. 1223

P.B. HIRSCH
J. Inst. Metals 1957-1958 - 86 - 13

A. KELLY, R.B. NICHOLSON
Progress in Material Science 1963 - 10 - 148

N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO
Proc. Phys. Soc. - London 1940 - 52 - 86

E. OROWAN
Symposium on internal stresses in metals
Institute of Metals - London 1947 - p. 451

D.E. RIMMER, A.M. COTTRELL
Phil. Mag. 1957 - 2 - 1345

A.C. ROBERTS, D.R. HARRIES
Communication présentée au 69ième meeting ASTM 1966

A.F. ROWCLIFFE, G.J.C. CARPENTER, H.F. MERRICK, R.B. NICHOLSON
Communication présentée au 68ième meeting ASTM 1966

B. RUSSEL, I.J. HASTINGS
J. Nuclear Mat. 1965 - 17 - 30 - 1967 - 23 - 1

A.K. SEEGER
2ème Conférence de Genève sur l'énergie atomique 1958 - 6 - 250

A. SILVENT
Communication personnelle à paraître

A.N. STROH
Proc. Roy. Soc. - série A - 1954 - 223 - 404

conférant ainsi des propriétés mécaniques variées, plus ou moins éloignées de celles d'un type pur de fragilité intergranulaire. L'irradiation tendra alors, par l'un des mécanismes décrits précédemment, à rapprocher chaque structure de ce type particulier, qui sera atteint en général pour des températures inférieures, pour des déformations et des contraintes moindres.

Ces résultats mettent donc clairement en évidence l'importance des propriétés mécaniques avant irradiation : s'ils n'apportent pas une solution aux problèmes posés par la fragilité après irradiation, ils permettent cependant de faire un choix parmi les différentes structures qu'il est possible de donner aux matériaux sélectionnés pour les usages de l'Industrie Nucléaire.

considérant ainsi des propriétés mécaniques variées, plus ou moins éloignées de celles d'un type pur de fragilité intergranulaire. L'irradiation tendra alors, par l'un des mécanismes décrits précédemment, à rapprocher chaque structure de ce type particulier, qui sera atteint en général pour des température inférieures, pour des déformations et des contraintes moindres.

Ces résultats montrent donc clairement en évidence l'importance des propriétés mécaniques avant irradiation : s'ils n'apportent pas une solution aux problèmes posés par la fragilité après irradiation, ils permettent cependant de faire un choix permettant les différentes structures qu'il est possible de donner aux matériaux sélectionnés pour les usages de l'industrie nucléaire.